

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ  
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования  
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

---

**О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, А.А. Качаев**

**МЕТОД КОЛЛЕКТОРНОГО  
КОМПАКТИРОВАНИЯ  
НАНО- И ПОЛИДИСПЕРСНЫХ  
ПОРОШКОВ**

*Рекомендовано в качестве учебного пособия  
Редакционно-издательским советом  
Томского политехнического университета*

Издательство  
Томского политехнического университета  
2009

УДК 621.762(075.8)  
ББК 30.68я73  
Х24

**Хасанов О.Л.**

Х24      **Метод коллекторного компактирования нано- и полидисперсных порошков: учебное пособие / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, А.А. Качаев; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – 99 с.**

В учебном пособии описаны наиболее распространенные и перспективные методы формования нанопорошков для получения керамики конструкционного и функционального назначений. Описаны и проанализированы общие закономерности процесса уплотнения. Представлена методика построения кривых уплотнения, позволяющая определить значения коэффициентов уравнения прессования упругих параметров, уплотнения порошкового тела. Изложены принципы коллекторного способа прессования, реализация которого позволяет минимизировать перепады плотности по объему порошковой прессовки. Описаны конструкции коллекторных пресс-форм для производства порошковых изделий различной геометрической формы. Представлены экспериментальные данные и данные компьютерного моделирования процессов уплотнения порошков, подтверждающие эффективность коллекторного способа прессования.

Пособие разработано в рамках реализации Инновационной образовательной программы ТПУ по направлению «Материаловедение, наноматериалы и нанотехнологии» и рекомендуется студентам, обучающимся по машиностроительным специальностям, в качестве практического руководства для работы в современных геометрических редакторах.

**УДК 621.762(075.8)  
ББК 30.68Я73**

*Рецензенты*

Доктор физико-математических наук, профессор ТУСУРа  
*С.Г. Еханин*

Доктор технических наук, профессор ТУСУРа  
*Г.В. Смирнов*

© ГОУ ВПО «Томский политехнический университет», 2009

© Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Качаев А.А., 2009

© Оформление. Издательство Томского политехнического университета, 2009

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение .....	4
Глава 1. Технологические характеристики и свойства порошков .....	8
Глава 2. Наноструктурная керамика .....	12
Глава 3. Основные методы получения нанопорошков и технологии формования порошковых масс .....	22
3.1. Методы получения порошков .....	22
3.2. Технология получения порошковых конструкционных материалов ..	29
3.2.1. Традиционные методы формования порошков .....	30
3.2.2. Перспективные методы формования порошков .....	35
3.3. Проблемы методов одноосного прессования порошков .....	42
Глава 4. Закономерности процесса одноосного прессования в закрытых жестких пресс-формах .....	50
4.1. Уравнение прессования .....	52
4.2. Оценка перепада плотности по высоте прессовки на основе коэффициентов уравнения прессования .....	56
4.3. Методика построения кривых уплотнения НП .....	58
Глава 5. Коллекторный способ прессования .....	64
5.1. Конструктивное решение .....	64
5.2. Аналитическое описание .....	68
5.3. Техническая реализация коллекторного способа прессования (коллекторные пресс-формы) .....	72
5.4. Практическое применение коллекторного способа прессования ...	82
5.5. Моделирование процессов деформации порошкового тела .....	88
Заключение .....	92
Список литературы .....	94

## ВВЕДЕНИЕ

В последние годы отмечается рост интереса к различным классам материалов, демонстрирующим уникальные свойства, которые позволяют вывести результаты их применения в современной технике на качественно новый уровень. К одному из таких классов относятся ультрадисперсные материалы (УДМ), или ультрадисперсные системы (УДС), которые в западной литературе называются наноструктурными материалами (НСМ).

Общепринято, что под ультрадисперсными материалами, или наноматериалами (НМ), подразумеваются намеренно сконструированные или природные материалы, в которых один или более размеров их структурных элементов лежат в диапазоне нанометров. К ним относятся нановолокна, нанопроволоки, нанопленки, нанопокрyтия и объемные наноматериалы – нанокристаллические и нанозернистые (с размером зерен менее 100 нм) [1].

Наноструктурные материалы обладают уникальными свойствами вследствие проявления специфических размерных эффектов. По мере того как размер зерен или частиц становится все меньше и меньше, все большая доля атомов структурного элемента оказывается на его границах или свободных поверхностях. Так, при размере структурных единиц 6 нм и толщине поверхностного слоя в один атом, почти половина атомов будет находиться на поверхности [2, 3].

Так как доля поверхностных атомов в наноструктурных материалах составляет десятки процентов, ярко проявляются все особенности поверхностных состояний и разделение свойств на «объемные» и «поверхностные» приобретает в какой-то мере условный характер. В таких материалах приобретают большее значение законы квантовой механики, проявляются аномалии поведения электронов, квазичастиц (фононов, плазмонов, магнонов) и других элементарных возбуждений, а это существенным образом изменяет механические, оптические и электрические свойства вещества, по сравнению с обычными материалами. Поэтому наносостояние рассматривают как особое состояние вещества между микромиром и макромиром [4].

Поведение наноструктурных материалов часто определяется процессами на границе частиц или зерен. Например, твердость наноструктуры должна возрастать с уменьшением размеров зерен. С другой стороны, при нанометровом размере большое значение имеет диффузионное скольжение нанокристаллитов и скорость деформации значительно возрастает. Таким образом, прочностные свойства наноматериала определяются соотношением между пределом текучести и скоростью деформации. Еще одним фактором увеличения скорости деформации следует считать возрастание коэффициента диффузии при уменьшении размера кластера. До известного предела твердость наноструктуры может превышать твердость крупнозернистых материалов в несколько раз. Такие результаты могут быть следствием зависимости твердости также и от структуры границ зерен [5].

Наноматериалы весьма условно можно разделить на несколько основных видов: консолидированные наноматериалы, нанополу-проводники, нанополимеры, нанобиоматериалы, фуллерены и тубулярные наноструктуры, катализаторы, нанопористые материалы и супрамолекулярные структуры [6].

Перечисленные виды наноматериалов отличаются как по технологии изготовления, так и по функциональным признакам, их объединяет только характерный малый размер частиц, зерен, трубок, пор, определяющий структуру и свойства.

Особое внимание в пособии будет уделено технологии изготовления объемных поликристаллических наноматериалов (в частности, наноструктурной керамике), нанозерна (нанокристаллиты) которых находятся в консолидированном состоянии, а прочность межзеренных прослоек между ними довольно высока.

Выбор метода получения объемных наноматериалов определяется областью их применения и желательным набором свойств конечного продукта. Наряду с такими направлениями получения объемных консолидированных наноматериалов как контролируемая кристаллизация из аморфного состояния методом испарения и конденсации атомов и интенсивная пластическая деформация поликристаллических структур с обычным размером зерна, существуют различные способы компактирования нанопорошков в различных пресс-формах.

Наночастицы (нанопорошки (НП)) – это малоразмерные твердые вещества, геометрический размер которых изменяется от десятых долей до 100 нм. Понятия «наночастицы» и «нанопорошки» во многом перекрываются, но, конечно, следует иметь в виду возможный изолированный характер первых и обязательно совокупный вид последних [6].

Основной проблемой, возникающей при компактировании нанопорошков в процессах изготовления объемных консолидированных наноструктурных образцов, является неравномерное распределение плотности по объему порошковых изделий (прессовок). Этот недостаток способов прессования в закрытых жестких пресс-формах приводит к разрушению прессовок на стадиях их извлечения из пресс-форм либо к короблению (неравномерной усадке) изделий при их последующем спекании. Кроме того, указанный недостаток ограничивает номенклатуру сложности форм изготавливаемых этим способом изделий.

Традиционным для существующих порошковых технологий решением проблемы является введение пластифицирующих порошковую массу добавок (смазок, связок). Этот прием позволяет снизить силы пристенного и межчастичного трения в порошковом теле в процессе его уплотнения и создать благоприятные условия для максимально равномерного заполнения всей формообразующей полости пресс-формы. В результате равномерность распределения плотности по всему объему порошкового изделия может быть существенно увеличена.

Однако в технологии производства наноструктурных порошковых изделий данный прием оказывается малоэффективным. Одним из неперемennых условий формирования и высокого качества наноструктуры является высокая чистота исходного порошкового сырья, а также минимальное содержание остаточной пористости. При введении в порошковое сырье пластификаторов и связок происходит неизбежное загрязнение материала посторонними примесями, а в процессе последующего термического удаления этих примесей возникают предпосылки к возникновению остаточной пористости, исключить которую можно лишь длительным высокотемпературным спеканием, при котором происходят процессы рекристаллизации материала с ростом размера зерен и выходом из наноструктурного состояния.

Между тем известно, что для образования нанокристаллитов в керамике необходимо перед спеканием сохранить наноструктурное состояние в спрессованном порошке, избегая пластической деформации частиц НП в процессе прессования, и предотвращать рост зерен при спекании [7].

В настоящее время совершенствуются существующие методы консолидации порошков, их комбинации друг с другом (горячее прессование в жестких пресс-формах, горячее газостатическое прессование); также продолжают развиваться разработки новых методов и способов получения объемных наноструктурных материалов. В частности, в НИЦ «Спектр»

(НОИЦ НМНТ) Томского политехнического университета был разработан и запатентован в ряде стран принципиально новый коллекторный способ прессования, при реализации которого существенно снижается неравноплотность изделий практически любых форм без применения пластификаторов [8–11].

Коллекторный способ прессования порошковых материалов основан на формировании разнонаправленных сил пристенного трения и приводит к возникновению неизменного по величине давления прессования, передающегося без потерь всем слоям по высоте порошкового изделия и обеспечивающего одинаковую степень их уплотнения.

В первой главе описаны наиболее важные качественные и полуквантитативные характеристики порошкового материала, влияющие на поведение порошкового тела в конкретных условиях его уплотнения.

Во второй главе указаны области применения конструкционных и функциональных керамических материалов, преимущества керамических изделий, а также описаны наиболее распространенные керамические порошки.

В третьей главе описаны методы получения порошков и наиболее распространенные и новые перспективные методы формования порошковых масс. Также указаны достоинства и недостатки методов формования порошков.

В четвертой главе описаны общие закономерности процесса уплотнения при холодном прессовании в закрытых пресс-формах. Рассмотрены процессы, происходящие при прессовании, проанализированы уравнения прессования, описана методика построения кривых уплотнения. Проведена оценка перепада относительной плотности по высоте прессовки на основе уравнения прессования.

В пятой главе изложены принципы коллекторного способа прессования, описаны конструкции пресс-форм для производства порошковых изделий различной геометрической формы, реализующие описанные принципы. В заключение главы приведен анализ экспериментальных данных по свойствам порошковых изделий, полученных с применением коллекторного способа прессования. Также приведен численный эксперимент деформации порошкового тела цилиндрической формы в закрытой жесткой пресс-форме различными способами прессования.

Учебное пособие предназначено для студентов, аспирантов, занимающихся проблемами получения объемных изделий из наноструктурных материалов.

## Глава 1

# ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВ

В производстве высококачественной керамики, отличающейся высокой прочностью и однородностью структуры, используют порошки исходных материалов, представляющие собой совокупность находящихся в соприкосновении индивидуальных твердых тел небольших размеров [12]. Диапазон размеров частиц порошков, используемых в порошковой технологии, довольно велик, по дисперсности частиц порошки подразделяются на грубодисперсные (от 200 до 1000 мкм), среднелдисперсные (от 10 до 200 мкм), тонкодисперсные (от 0,1 до 10 мкм) и ультрадисперсные (УДП) или нанопорошки (от 1 до 100 нм) [13].

Порошки с нанометровым размером частиц выделяют в отдельный класс материалов в силу уникальности их строения и свойств и называют ультрадисперсными порошками, ультрадисперсными материалами или нанопорошками. Уникальность их структуры обусловлена тем, что при размере частиц менее 10 нм высокая относительная доля атомов на их поверхности приводит к большому влиянию поверхностных явлений на их кристаллическую структуру, и поэтому их структура характеризуется несколько меньшими межатомными расстояниями, более высокой плотностью упаковки атомов и высокой нестабильностью этой упаковки.

Для оценки поведения порошкового материала в конкретных условиях его уплотнения используют различные качественные и полуколичественные характеристики [14]. Перечислим наиболее важные из них.

*Насыпная плотность* порошков характеризует массу свободно насыпанного порошка в единице объема и зависит, главным образом, от материала, формы и размера частиц, состояния их поверхности. Наибольшую насыпную плотность обеспечивают керамические порошки со сферической формой частиц и гладкой поверхностью.

*Плотность утряски* определяется как отношение массы порошка к величине его объема, замеренного после приложения вибрации к сосу-

ду с порошком. При вибрации частицы распределяются между собой более компактно, т. е. объем уменьшается, а следовательно для одного и того же порошка плотность утряски больше плотности его свободной насыпки.

*Сыпучесть* порошков – это свойство, которое определяет их способность перемещаться по наклонной поверхности под действием силы тяжести. На сыпучесть керамических порошков существенное влияние оказывают их плотность, влажность, удельная поверхность, гранулометрический состав, форма и состояние поверхности частиц. Сыпучесть порошков уменьшается при увеличении их удельной поверхности и шероховатости частиц. В технологии производства керамических изделий сыпучесть порошков имеет большое значение при расчете производительности автоматических прессов транспортировки больших объемов порошка.

*Уплотняемость* порошков характеризует способность к уменьшению занимаемого объема от воздействия давления и/или вибрации.

*Прессуемость* порошков – это способность порошкового тела деформироваться под воздействием заданного давления до заданной плотности и образовывать брикет заданной формы.

*Формуемость* – это способность порошка сохранять заданную форму в интервале определенных значений плотности или пористости, при которых прессованный брикет не имеет разрушения после его извлечения из формы. Формуемость порошка зависит в основном от формы, размера и состояния поверхности частиц, а также от их твердости.

Важным фактором для сухого прессования является форма, размер и свойства частиц и агломератов, составляющих порошок. Чаще всего для оценки формы частиц применяют два основных фактора: фактор неравномерности формы частиц, представляющий собой отношение максимального размера к минимальному размеру исследуемых частиц  $l_{\max}/l_{\min}$ ; фактор развитости поверхности, отношение квадрата периметра наблюдаемой частицы к занимаемой этой частицей площади  $P^2/S$ . Дисперсностью вещества называется степень его измельченности, т. е. чем меньше размер частицы в порошке, тем выше его дисперсность.

Форма частиц существенно влияет на их упаковку при компактировании, а также на количество и размеры пор в полученной из них прессовке. Размер частиц в основном влияет на скорость и температуру спекания [15]. На рис. 1.1 представлена зависимость плотности спеченных порошков оксида алюминия различного гранулометрического

состава от температуры спекания. Из рис. 1.1 видно, что при меньшем размере частиц достигается более высокая плотность спеченной структуры при меньших температурах спекания. Анализ рис. 1.1 позволяет предположить, что при прочих равных условиях скорость спекания тонкодисперсных порошков должна быть намного выше скорости спекания грубодисперсных.

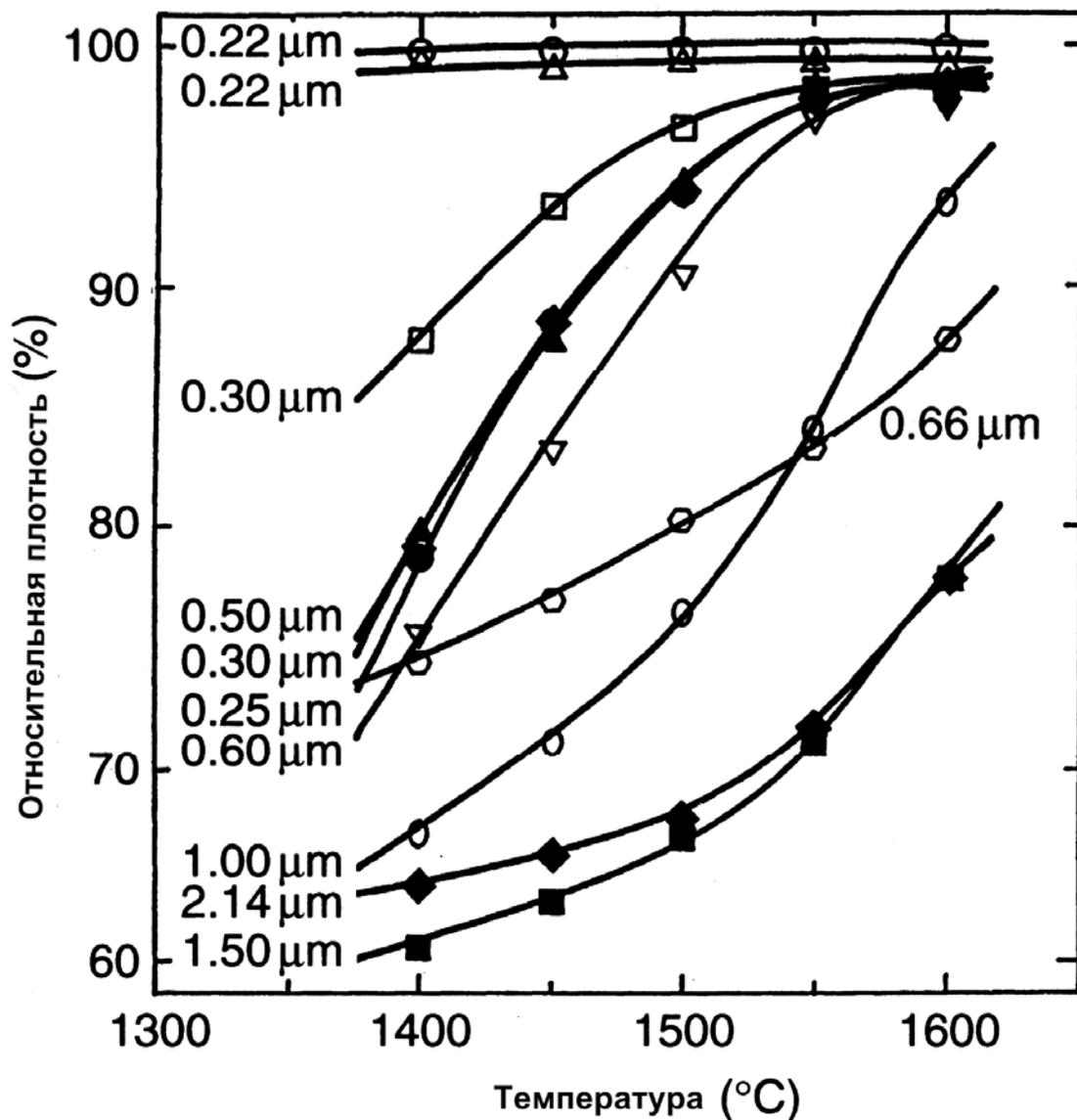


Рис. 1.1. Зависимость плотности спеченных порошков оксида алюминия различного гранулометрического состава от температуры спекания

Поскольку частицы порошка в компакте являются центрами роста зерен при последующем спекании, можно утверждать, что наличие в порошке крупных частиц может привести к росту зерен при спекании, что может пагубно отразиться на различных свойствах керамики. Та-

ким образом, надлежащее распределение частиц по размерам важно как для высокой плотности упаковки частиц, так и для получения наноструктурного состояния.

Из стереометрии известно, что максимально достижимая плотность упаковки монодисперсных сферических частиц без смятия в межчастичных контактах составляет величину около 74 %. Для полидисперсных порошков плотность может значительно превышать это значение, за счет заполнения пустот между грубодисперсными частицами более мелкодисперсными. Однако в действительности (например, при свободной засыпке) очень трудно достигнуть этих значений. Наиболее высокой плотности упаковки полидисперсных частиц можно добиться, если его отдельные частицы имеют наиболее приближенную к сферической форму и гладкую поверхность.

В реальных порошковых телах частицы весьма редко остаются индивидуальными. Чаще всего ансамбли частиц связаны в агломераты и агрегаты. Агломераты образуются за счет слабого взаимного притяжения между частицами порошка и могут быть разрушены при незначительном внешнем воздействии. В агрегатах частицы связаны более сильно, например, в результате взаимного припекания в процессе производства порошка. Агрегаты при прессовании порошков ведут себя как крупные частицы с развитой поверхностью, сопротивляясь наиболее плотной упаковке порошкового тела. На стадии спекания прессовок, изготовленных из агрегированного порошка, жесткие агрегаты так же, как и крупные частицы, приводят к возникновению крупнозернистой структуры в конечном изделии. Таким образом, для получения наноструктурных материалов на основе агрегированных порошков требуется применение технологических операций разрушения агрегатов, например, в мельницах.

## Глава 2

### НАНОСТРУКТУРНАЯ КЕРАМИКА

Керамика – неметаллические неорганические материалы на основе кристаллических соединений неметаллов и металлов, синтезированных и консолидированных различными методами для придания заданных свойств и геометрии. Многообразие составов, структур и технологий керамических материалов предопределяет достижение широкого спектра их свойств и областей применения.

Керамика относится к структурно- и фазочувствительным материалам. Даже при одинаковом химическом составе свойства керамических изделий могут сильно различаться в зависимости от свойств исходных материалов, методов и параметров технологии, структуры и фазового состава, промежуточных методов обработки и качества поверхности.

Для порошков тугоплавких соединений, составляющих основу керамических конструкционных материалов, характерна низкая технологичность, то есть из них трудно формовать заготовки деталей, спекать до высоких значений плотности, обрабатывать до заданных размеров.

Керамика, которую применяют в качестве конструкционных и функциональных материалов, обладают высоким уровнем межатомной связи. Основные виды технической керамики и области их применения представлены в табл. 2.1.

*Конструкционными материалами* называют материалы, обеспечивающие целостность и несущую способность конструкций тех или иных изделий. Для таких материалов важными, как правило, являются физико-механические свойства: модули сдвига и упругости, пределы прочности, относительные удлинения и другие [13]. В качестве конструкционных жаропрочных и коррозионно-стойких материалов применяют  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $SiC$ ,  $Si_3N_4$ ,  $ZrC$ ,  $TiC$ ,  $BeO$ ,  $MgO$ ,  $AlN$ ,  $ZrB_2$  и др.

Использование современных конструкционных материалов обычно ограничивается тем, что увеличение прочности приводит к снижению пластичности. Литературные данные по нанокompозитам показы-

вают, что уменьшение структурных элементов и более глубокое изучение физики деформационных процессов, которые определяют пластичность наноструктурных материалов, могут привести к созданию новых типов материалов, сочетающих высокую прочность и пластичность [17].

Таблица 2.1

*Основные виды технической керамики и области их применения [16]*

<b>Керамика</b>	<b>Определяющие свойства</b>	<b>Области применения</b>
Электро- техниче- ская	Высокое электросопротивление, низкая диэлектрическая проницаемость	Электроизоляторы, корпуса и подложки интегральных схем
	Сегнетоэлектрические свойства, высокая диэлектрическая проницаемость	Высокоемкостные конденсаторы, запоминающие устройства
	Пьезосвойства	Пьезоэлементы, фильтры, транзисторы, ультразвуковые устройства
	Электронное излучение	Электронные микроскопы, горячие катоды
	Полупроводниковые и сенсорные свойства	Варисторы, анализаторы влажности, термисторы, тепловые элементы
	Ионная проводимость	Твердые электролиты, натрий-серные аккумуляторы, анализаторы среды в печах
Оптиче- ская	Высокое светопропускание в видимой и ИК-областях	Оболочки галогенных и натриевых ламп, визирные трубки для печей, окна ядерных реакторов и летательных аппаратов
	Флуоресценция	Компоненты цветных телевизионных трубок
	Поляризация	Фотоэлектрические преобразователи
Магнитная	Магнитная восприимчивость, магнитная проницаемость, коэрцитивная сила	Магниты для бытовой техники, сердечники трансформаторов и катушек, антенны, запоминающие устройства
Проводящая	Электрическая проводимость	Электроды, нагреватели для электрических печей
Сверхпроводящая	Сверхпроводимость	Сверхпроводящие элементы

Керамика	Определяющие свойства	Области применения
Машино- строитель- ная	Высокая прочность	Металлорежущие станки и инстру- менты
	Стойкость к истиранию	Волоки, фильеры, нитеводители
	Высокая твердость	Абразивные материалы и инстру- менты
	Низкий коэффициент тре- ния	Детали подшипников скольжения, высокотемпературная смазка
	Высокое отношение проч- ности к плотности	Детали двигателей, в том числе для летательных аппаратов
	Высокая ударная вязкость	Материалы для брони
Химиче- ская	Коррозионная стойкость	Детали химических аппаратов и ядерно-энергетических установок
	Каталитическая активность	Катализаторы и носители катализа- торов
Биологиче- ская	Химическая инертность	Устройства для биохимических процессов, носители для связыва- ния энзимов
	Костная совместимость	Искусственные суставы, зубные протезы

Анализ проведенных в последние годы отечественных и зарубежных исследований свидетельствуют о высокой перспективности следующих основных типов конструкционных наноматериалов: наноструктурных керамических и композиционных изделий точной формы, наноструктурные твердые сплавы для производства режущих инструментов с повышенной износостойкостью и ударной вязкостью, наноструктурные защитные термо- и коррозионно-стойкие покрытия, обладающие повышенной прочностью и низкой воспламеняемостью полимерные композиты с наполнителями из наночастиц и нанотрубок [17].

В лабораторных исследованиях получены образцы изделий из нанофазной керамики (плотности на уровне 0,98–0,99 от теоретического значения) на основе оксидов алюминия и ряда переходных металлов. Экспериментально подтверждено, что плотная наноструктурная керамика имеет повышенную пластичность при сравнительно невысоких температурах. Увеличение пластичности при уменьшении размера частиц вызвано сдвиговым перемещением нанокристаллических зерен относительно друг друга при наложении нагрузки. При этом отсутствие

нарушения межзеренной связи объясняется эффективным диффузионным переносом атомов в приповерхностном слое частиц. В перспективе повышенная пластичность означает возможность сверхпластичного формования керамических композиционных изделий, что исключает необходимость трудо- и энергозатратной финишной обработки материалов высокой твердости [17].

Основными характеристиками конструкционных материалов являются: модуль Юнга, предел текучести, предел прочности, предел усталости, износостойкость, вязкость разрушения (критический коэффициент интенсивности напряжений для острых концентраторов и трещин). В отличие от модуля Юнга, который мало зависит от структуры материала, все остальные характеристики структурочувствительны, т. е. могут управляться посредством целенаправленного изменения структуры, в частности изменением номенклатуры и концентрации структурных дефектов, размеров зерен, ячеек и других субструктурных единиц [18].

Наиболее важными в практическом отношении для конструкционных применений являются материалы на основе оксида алюминия, диоксида циркония, а также некоторые другие простые и сложные оксиды и неоксидные соединения. К неоксидным соединениям относят бескислородные соединения металлов с такими элементами, как азот, углерод, бор, кремний и др.

Многие из этих соединений обладают высокими температурой плавления, прочностью химических связей, теплопроводностью, электрической проводимостью или диэлектрическими свойствами, химической стойкостью. Это делает их перспективными для применения в качестве конструкционной керамики – деталей двигателей внутреннего сгорания и газотурбинных двигателей, режущих инструментов, керамических подшипников. Керамику с электрической проводимостью используют для изготовления нагревательных элементов. Высокая прочность химической связи позволяет использовать эти материалы в качестве легкой брони, поскольку при очень быстром механическом взаимодействии пули с броней большая часть кинетической энергии тратится на разрыв химических связей броневое материала. Сочетание высоких диэлектрических свойств с высокой теплопроводностью позволяет успешно применять некоторые соединения в электронной технике.

Карбиды обладают наиболее высокими среди бескислородных соединений температурами плавления, высокой прочностью и твердо-

стью. Это позволяет использовать их для изготовления высокоогнеупорной, износостойкой, высокопрочной керамики, например форсунок, фильер для волочения проволоки, режущих инструментов, подшипников, деталей двигателей, в авиационной и ракетно-космической технике.

Большинство карбидов обладает высокой теплопроводностью и является проводниками или полупроводниками. Их можно применять в электронике, электротехнике, в частности для получения электронагревательных элементов. Электрическая проводимость карбидов позволяет использовать для их обработки электроэрозионные методы. По сравнению с другими бескислородными соединениями карбиды, как правило, более устойчивы к окислению и соответственно их можно использовать в окислительной среде при более высоких температурах.

*Оксид алюминия (корундовая керамика)* является самым распространенным видом оксидной керамики благодаря доступности сырья (глинозема) и благоприятному сочетанию механических, прочностных, электрофизических и химических свойств и находит широкое применение в разнообразных областях техники.

Термическая стойкость плотных корундовых изделий в целом невысока и существенно зависит от степени кристаллизации. У изделий с крупными кристаллами термостойкость в 3–4 раза выше, чем у изделий с мелкими кристаллами.

Возможна длительная эксплуатация корундовой керамики при 1800–1900 °С, хотя при этом из-за рекристаллизации снижаются все структурно-чувствительные свойства и происходит ее старение: размер зерен и пористость увеличиваются, уменьшается прочность, ухудшаются некоторые электрофизические свойства.

Корунд отличается высокой химической стойкостью по отношению к кислотным и щелочным реагентам. При нормальной температуре на него практически не действует даже фтористо-водородная кислота. Корунд устойчив к действию большинства металлов, в том числе щелочных, при температуре их плавления. Исключительно высокая химическая устойчивость обусловила широкое применение корундовой керамики в различных отраслях химической промышленности.

Оксид алюминия благодаря своим высоким электрофизическим свойствам находит применение в электроизоляционной, радиоэлектронной и электровакуумной технике для изготовления многих видов изделий. Алюмооксидную керамику используют для оболочек корпусов ламп, подложек и корпусов интегральных схем, окон выводов энер-

гии, резцов для обработки металлов и их сплавов, подшипников, фильтр и других изделий конструкционного назначения.

*Диоксид циркония*, используемый для изготовления технической керамики, является искусственным материалом. Его выпускают в виде порошка трех типов с различной степенью чистоты: технический содержит не менее 97,5 %  $ZrO_2$  совместно с  $HfO_2$ , чистый – 99,5 %  $ZrO_2$ , включая 1,5–2 %  $HfO_2$ , особо чистый не содержит примеси  $HfO_2$ .

Диоксид циркония характеризуется высокой (2700 °С) температурой плавления. При температуре выше 500 °С является ионным проводником. Керамика из диоксида циркония хорошо механически обрабатывается до высокой чистоты поверхности, обладает более низким коэффициентом трения по сравнению с металлами. Диоксид циркония обладает высокой химической стойкостью к кислотам и щелочам (кроме  $H_2SO_4$  и  $HF$ ), расплавам щелочей, стекол и металлов. Из-за высокой стоимости керамика из диоксида циркония используется не так широко, как корундовая керамика. Кроме того, диоксидциркониевые изделия сохраняют высокие прочностные свойства лишь до температуры 700 °С, после чего прочность снижается.

Применение диоксидциркониевой керамики связано с реализацией специфических свойств  $ZrO_2$  – высокой температуры плавления, химической стойкости, высокой механической прочности, повышенной электрической проводимости при высоких температурах, низкой теплопроводностью, высокой химической стойкостью.

Ряд областей техники использует специфические электрофизические свойства диоксида циркония. Анионный характер проводимости твердых растворов положен в основу использования его в качестве твердого электролита для работы при высоких температурах. Керамика из  $ZrO_2$  служит токосъемным элементом в высокотемпературных химических источниках тока. Твердые электролиты на основе  $ZrO_2$  используют в электрохимических ячейках приборов для определения содержания кислорода в газовых средах и расплавах.

Из стабилизированного оксидом иттрия диоксида циркония изготавливают высокотемпературные нагреватели сопротивления, способные работать на воздухе до температуры 2200 °С. Благодаря низкой теплопроводности и высокой химической стойкости в сочетании с большой твердостью (8 по Моосу) и прочностью  $ZrO_2$  используют для защиты от коррозии и эрозии различных металлических деталей, в том числе деталей ракетных и реактивных двигателей. Уникальные особенности метастабильных фаз  $ZrO_2$ , проявляющие эффект трансформацион-

ного упрочнения с превращением тетрагональной фазы в моноклинную в зонах распространения трещины с прекращением процессов разрушения, открыли большие возможности для создания высокопрочных конструктивных видов этой керамики, в частности для двигателей различного типа.

В электронике компоненты из диоксида циркония хорошо зарекомендовали себя благодаря своим ферромагнитным и изолирующим свойствам. Режущий инструмент, ножницы и ножи из диоксида циркония особенно востребованы, если дополнительно к высокой износостойкости и прочности режущих кантов требуются устойчивость к коррозии и электрическая изоляция.

Благодаря своим хорошим трибологическим свойствам по отношению к металлам, диоксид циркония применяется для подшипников и пар скольжения.

Применение подшипников изготовленных по керамической технологии находит все более широкое распространение. Преимущество керамики в этом случае состоит в том, что в силу низкой (по сравнению со сталью) плотности ее применение в подшипниках дает выигрыш в массе до 60 %. За счет этого уменьшаются центробежные силы при высоких скоростях.

Высокая твердость и возможность выдерживать высокие температуры позволяют увеличить срок службы керамических подшипников по сравнению со стальными в 100 раз и работать при этом без смазки. Химическая инертность, радиационная устойчивость, высокие диэлектрические свойства и отсутствие магнетизма у керамических материалов позволяют использовать подшипники из них в аппаратах химических производств, атомных, силовых установках, а также в установках, где требуется наиболее надежная электрическая изоляция. Наибольший эффект использования керамических подшипников дает их применение в точных и навигационных приборах, в оборонной промышленности, например, в гироскопах, а также в высокооборотных машинах – турбинах, компрессорах, обрабатывающих центрах.

Также для изготовления подшипников применяется пористая керамика. Керамические изделия, изготовленные из пористой керамики, должны обладать повышенной пористостью (обычно более 30 %), которую, как правило, создают преднамеренно. Она определяет решающим образом свойства, необходимые для их применения, такие как высокая тепло- и звукоизолирующая способность, проницаемость, удельная поверхность и некоторые другие.

В принципе из любого керамического материала соответствующими приемами можно изготовить изделия с пористой структурой, при этом пористость может быть повышена вплоть до 95–97 %. В известной мере регулированию поддаются также форма, размер создаваемых пор и их связь между собой и с окружающей атмосферой, т. е. строение получаемых изделий.

Подшипники, изготовленные из пористой керамики, работают в основном при граничной смазке. Их структура должна быть гетерогенной, мелкозернистой и отвечать правилу Шарли, т. е. представлять собой сочетание твердых и более мягких компонентов, причем одним из них, самым мягким, в таких антифрикционных материалах являются поры – составляющая нулевую твердость; к тому же поры могут быть заполнены смазкой. Наличие пор позволяет придавать антифрикционные свойства материалам, поры изменяют сам механизм прирабатываемости трущихся поверхностей. У керамических материалов вследствие изменения и перераспределения объема пор происходит необратимая пластическая деформация в поверхностном и прилегающем к нему значительном по глубине (до нескольких миллиметров) приповерхностном слое. При заполнении пор маслом металл основы предохраняется от коррозии, коэффициент трения сохраняется постоянно низким, а подшипники приобретают свойство самосмазываемости (масло выдавливается из пор на трущуюся поверхность), что позволяет исключить подвод смазки извне. При вращении вала, особенно при малых скоростях, на поверхности трения образуется постоянная смазывающая пленка масла, поступающего из капилляров, образованных порами в объеме порошкового материала.

Одной из разновидностей конструкционной керамики, в которой наиболее полно реализуются принципиально новые свойства керамических материалов, является режущая керамика.

Керамика для резания должна обладать: высокой твердостью (в том числе при повышенных температурах), большим пределом прочности, износостойчивостью, достаточной вязкостью, химической инертностью по отношению к большинству металлов при высоких локальных температурах, термостойкостью. Наличие именно этих свойств обусловило идею использования керамики в качестве инструментального материала. В сравнении с традиционными режущими материалами – быстрорежущей сталью и твердым сплавом – инструментальная керамика (например, на основе оксида алюминия) превосходит их по ряду важнейших свойств (рис. 2.1). Керамические материалы

имеют несомненное преимущество перед традиционными режущими материалами по твердости, износостойкости и стойкости к окислению.

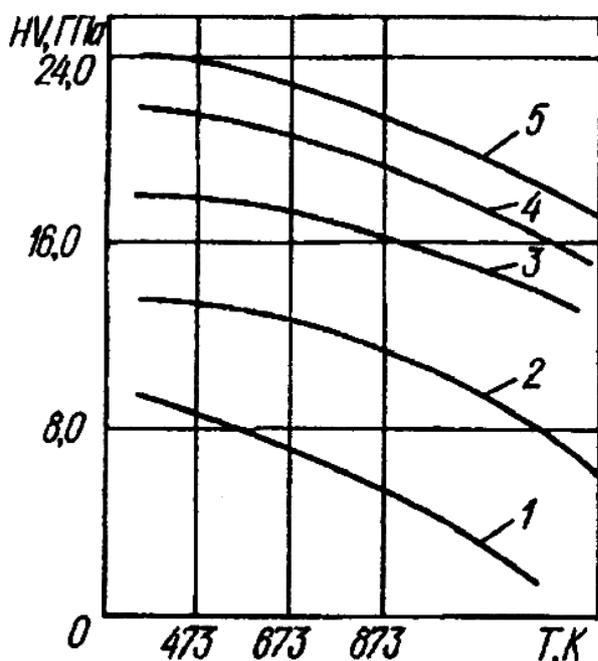


Рис. 2.1. Зависимость твердости HV инструментальных материалов от температуры:  
 1 – быстрорежущая сталь;  
 2 – твердый сплав;  
 3 –  $Si_3N_4$ ; 4 –  $Al_2O_3-ZrO_2$ ;  
 5 –  $Al_2O_3-TiC$

**Оптически прозрачная керамика** относится к классу функциональной керамики. Прозрачные керамические материалы имеют практически беспористую структуру. В силу этого материалы оказались способными пропускать свет, сохраняя при этом другие свойства, присущие керамическим материалам аналогичного типа, а в ряде случаев превосходя их. Так, в результате высокой плотности и отсутствия в большинстве прозрачных керамических материалов стекловидной фазы эти материалы не только более устойчивы по сравнению с обычными керамическими материалами к действию агрессивных сред, но и имеют высокий класс чистоты поверхности при их механической обработке. Сочетание светопрозрачности, высокой плотности и возможности получения изделий с высоким классом чистоты поверхности способствовало тому, что области применения прозрачных керамических материалов значительно расширились по сравнению с использованием обычных материалов аналогичного состава [19].

Появление прозрачных керамических материалов обусловлено потребностями новых областей техники, а также связано с созданием специальных приборов, работающих в условиях ночного видения, агрессивных сред, высоких температур, повышенных давлений и т. д. Использование стекла для этих целей ограничивало возможности приборов.

Области применения прозрачных керамических материалов определяются не только способностью их пропускать свет, но и всем комплексом других рабочих свойств, присущих этим материалам: огнеупорностью, устойчивостью к воздействию агрессивных сред, термомеханическими и электрическими свойствами, наличием или отсутствием пористости и т. д. Однако в большинстве своем определяющим свойством в применении керамики все-таки является ее прозрачность с учетом важнейших для каждого конкретного случая других указанных свойств. Прозрачная керамика используется в светотехнике (изготовление натриевых ламп), в инструментальной оптике (линзы, детекторы, оптические фильтры, лазеры и т. д.).

Точное определение термина «прозрачная керамика» отсутствует. Японские исследователи этим термином определяют материал, полученный спеканием из неорганических порошков и обладающий такой прозрачностью, когда через неполированную пластинку толщиной в 1 мм, лежащую на листе бумаги с текстом, можно читать буквы, что соответствует светопропускаемости более 40 %. Ряд других исследователей предпочитают отдавать термину «светопропускающая» керамика в отличие от прозрачного стекла. Керамика, пропускающая световые лучи, приобретает все большее значение в светотехнике, оптике, специальном приборостроении, радиоэлектронике, а также в технике высоких температур.

К числу прозрачных керамических материалов, нашедших достаточно широкое применение, следует отнести керамику на основе окиси алюминия. Эту керамику применяют в качестве материала для изготовления излучательных трубок-оболочек натриевых ламп высокого давления. Последние характеризуются повышенной световой отдачей по сравнению с галогенными, ртутными лампами и лампами накаливания и поэтому более экономичны.

В последние годы большое внимание уделяется разработке прозрачной поликристаллической керамики на основе оксида иттрия  $Y_2O_3$ .

Основой для создания высокопрозрачной керамики являются нанопорошки, получаемые разными методами. Эти нанопорошки должны быть слабоагломерированными. Другим важным условием для получения прозрачной керамики является необходимость полного удаления пор в процессе спекания порошковой заготовки.

Одним из путей удаления пор является применение новых методов прессования нанопорошков.

## Глава 3

# **ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОПОРОШКОВ И ТЕХНОЛОГИИ ФОРМОВАНИЯ ПОРОШКОВЫХ МАСС**

### **3.1. Методы получения порошков**

Методы получения порошков для изготовления объемных наноматериалов весьма разнообразны; их условно можно разделить на химические и физические, основные из которых с указанием получаемых этими методами порошков приведены в табл. 3.1.

Разделение на химические и физические методы весьма условно. Так, химические реакции играют большую роль, например, при испарении в среде реакционных газов. В тоже время многие химические методы основаны на физических явлениях (низкотемпературная плазма, лазерное излучение и др.). Химические методы, как правило, более универсальны и более производительны, но управление размерами, составом и формой частиц легче осуществляется при использовании физических методов, особенно конденсационных. Рассмотрим некоторые из методов получения ультрадисперсных порошков.

Метод получения наноструктурных материалов играет важную роль в формировании структуры и свойств этих материалов.

Процессы, в результате которых происходит формирование нано- или ультрадисперсных структур – это кристаллизация, рекристаллизация, фазовые превращения, высокие механические нагрузки, интенсивная пластическая деформация, полная или частичная кристаллизация аморфных структур. Выбор метода получения наноматериалов определяется областью их применения, желательным набором свойств конечного продукта. Характеристики получаемого продукта – гранулометрический состав и форма частиц, содержание примесей, величина удельной поверхности – могут колебаться в зависимости от способа получения в весьма широких пределах.

Так, в зависимости от условий получения нанопорошки могут иметь сферическую, гексагональную, хлопьевидную, игольчатую или чешуйчатую формы, аморфную или мелкокристаллическую структуру.

Таблица 3.1

*Методы получения нанопорошков [6]*

Метод	Вариант метода	Материалы
<b>Физические методы</b>		
Испарение и конденсация	В вакууме или в инертном газе	Zn, Cu, Ni, Al, Be, Sn, Pb, Mg, Ag, Cr, MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub> , SiC
	В реакционном газе	TiN, AlN, ZrN, NbN, ZrO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub>
Высокоэнергетическое разрушение	Измельчение	Fe–Cr, Be, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiC, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , NiAl, AlN
	Детонационная обработка	BN, SiC, TiC, Fe, алмаз
	Электрический взрыв	Al, Cd, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub>
<b>Химические методы</b>		
Синтез	Плазмохимический	TiC, TiN, Ti(C,N), VN, AlN, SiC, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , BN, W, ZrO <sub>2</sub>
	Лазерный	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , SiC, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> –SiC
	Термический	Fe, Cu, Ni, Mo, W, BN, TiC, WC–Co
	Самораспространяющийся высокотемпературный	SiC, MoSi <sub>2</sub> , AlN, TaC
	Механохимический	TiC, TiN, NiAl, TiB <sub>2</sub> , Fe–Cu, W–Cu
	Электрохимический	WC, CeO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub> , WB <sub>4</sub>
	Растворный	Mo <sub>2</sub> C, BN, TiB <sub>2</sub> , SiC
Криохимический	Ag, Pb, Mg, Cd	
Термическое разложение	Конденсированные прекурсоры	Fe, Ni, Co, SiC, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , BN, AlN, ZrO <sub>2</sub> , NbN
	Газообразные прекурсоры	TiB <sub>2</sub> , ZrB <sub>2</sub> , BN

Химические методы синтеза включают различные реакции и процессы, в том числе процессы осаждения, термического разложения или пиролиза, газофазных химических реакций, восстановления, гидролиза, электроосаждения. Регулирование скоростей образования и роста зародышей новой фазы осуществляется за счет изменения соотношения количества реагентов, степени пересыщения, а также температуры процесса. Как правило, химические методы – многостадийные и включают некий набор из вышепоименованных процессов и реакций.

Способ осаждения заключается в осаждении различных соединений металлов из растворов их солей с помощью осадителей. Продуктом осаждения являются гидроксиды металлов. В качестве осадителя используют растворы щелочей натрия, калия и другие.

Регулируя pH и температуру раствора, создают условия, при которых получаются высокие скорости кристаллизации и образуется высокодисперсный гидроксид. Этим методом можно получать порошки сферической, игольчатой, чешуйчатой или неправильной формы с размером частиц до 100 нм.

Нанопорошки сложного состава получают методом соосаждения. В этом случае в реактор подают одновременно два или более растворов солей металлов и щелочи при заданной температуре и перемешивании. В результате получают гидроксидные соединения нужного состава.

Методом обратного соосаждения с применением замораживания гелей при температуре жидкого азота получены наноразмерные (от 2 до 8 нм) без признаков агломерирования аморфные порошки твердого раствора на основе  $ZrO_2$ , из которых при дальнейшей термообработке получают порошки тетрагональной фазы [20].

Способ гетерофазного взаимодействия осуществляют путем ступенчатого нагрева смесей твердых солей металлов с раствором щелочи с образованием оксидной суспензии и последующим восстановлением металла. Таким способом получают металлические порошки с размером частиц в пределах от 10 до 100 нм.

Гель-метод заключается в осаждении из водных растворов нерастворимых металлических соединений в виде гелей. Следующая стадия – восстановление металла. Этот способ применяется для получения порошков железа и других металлов.

Способ восстановления и термического разложения – обычно это следующая операция после получения в растворе ультрадисперсных оксидов или гидроксидов с последующим осаждением и сушкой. В качестве восстановителей, в зависимости от вида требуемого продукта,

используют газообразные агенты — как правило, водород, оксид углерода или твердые восстановители — углерод, металлы или гидриды металлов.

Так, нанопорошки Fe, W, Ni, Co, Cu и ряда других металлов получают восстановлением их оксидов водородом. С использованием твердых восстановителей получают нанопорошки некоторых металлов: Mo, Cr, Pt, Ni и другие. Как правило, размер частиц таких порошков находится в пределах 10–30 нм. Более сильными восстановителями являются гидриды — обычно гидрид кальция. Так получают нанопорошки Zr, Hf, Ta, Nb.

В ряде случаев нанопорошки получают путем разложения формиатов, карбонатов, карбониллов, оксалатов, ацетатов, металлов в результате процессов термической диссоциации или пиролиза. Так, за счет реакции диссоциации карбониллов металлов получают порошки Ni, Mo, Fe, W, Cr. Путем термического разложения смеси карбониллов на нагретой подложке получают полиметаллические пленки. Порошки металлов, оксидов, а также смесей металлов и оксидов получают путем пиролиза формиатов металлов. Таким способом получают порошки металлов, в том числе Mn, Fe, Ca, Zr, Ni, Co, их оксидов и металлооксидных смесей.

*Физические методы.* Способы испарения (конденсации), или газофазный синтез получения нанопорошков металлов, основаны на испарении металлов, сплавов или оксидов с последующей их конденсацией в реакторе с контролируемой температурой и атмосферой. Фазовые переходы «пар-жидкость-твердое тело» или «пар-твердое тело» происходят в объеме реактора или на поверхности охлаждаемой подложки или стенок.

Сущность способа состоит в том, что исходное вещество испаряется путем интенсивного нагрева, с помощью газа-носителя подается в реакционное пространство, где резко охлаждается. Нагрев испаряемого вещества осуществляется с помощью плазмы, лазера, электрической дуги, печей сопротивления, индукционным способом, пропусканием электрического тока через проволоку. Возможно также бестигельное испарение. В зависимости от вида исходных материалов и получаемого продукта, испарение и конденсацию проводят в вакууме, в инертном газе, в потоке газа или плазмы. Размер и форма частиц зависят от температуры процесса, состава атмосферы и давления в реакционном пространстве.

В атмосфере гелия частицы будут иметь меньший размер, чем в атмосфере аргона — более плотного газа. Таким методом получают порошки Ni, Mo, Fe, Ti, Al. Размер частиц при этом — десятки нанометров.

*Механические методы.* Способы измельчения материалов механическим путем в мельницах различного типа – шаровых, планетарных, центробежных, вибрационных.

Механическим путем измельчают металлы, керамику, полимеры, оксиды, хрупкие материалы. Степень измельчения зависит от вида материала. Так, для оксидов вольфрама и молибдена получают частицы размерами порядка 5 нм, для железа – от 10 до 20 нм.

Разновидностью механического измельчения является механо-синтез, или механическое легирование, когда в процессе измельчения происходит взаимодействие измельчаемых материалов с получением измельченного материала нового состава. Так получают нанопорошки легированных сплавов, интерметаллидов, силицидов и дисперсно-упрочненных композитов с размером частиц от 5 до 15 нм. Уникальным достоинством способа является то, что за счет взаимодиффузии в твердом состоянии здесь возможно получение «сплавов» таких элементов, взаимная растворимость которых при использовании жидкофазных методов пренебрежимо мала.

Положительной стороной механических способов измельчения является сравнительная простота установок и технологии, возможность измельчать различные материалы и получать порошки сплавов, а также возможность получать материал в большом количестве.

К недостаткам метода относятся возможность загрязнения измельчаемого порошка материалом мелющих тел, а также трудности получения порошков с узким распределением частиц по размерам, сложности регулирования состава продукта в процессе измельчения.

При получении наночастиц любым методом проявляется еще одна их особенность – склонность к образованию объединений частиц (агрегаты и агломераты). В результате, при определении размеров наночастиц, необходимо различать размеры отдельных частиц (кристаллитов) и размеры объединений частиц. Различие между агрегатами и агломератами не является четко определенным. Считается, что в агрегатах кристаллиты более прочно связаны и имеют меньшую межкристаллитную пористость, чем в агломератах.

Проблема, связанная с агрегированием наночастиц, возникает при их компактировании. Например, при компактировании агрегированного порошка путем спекания, для достижения определенной плотности материала требуются температуры тем выше, чем более крупные объединения наночастиц имеются в порошке.

В этой связи при разработке методов получения нанопорошков продолжают поиски мер для исключения или уменьшения степени образования объединений наночастиц. Так, в методах получения нанопорошков путем конденсации из паровой фазы оказались целесообразным точное регулирование температуры образования наночастиц. В химических методах оказывается эффективным исключение воды из некоторых стадий синтеза для уменьшения степени агломерирования. Используются также методы уменьшения контакта между частицами путем их покрытия (капсулирования), которое затем, перед компактированием, удаляется.

Тем не менее агрегирование и агломерирование наночастиц осложняет получение компактных материалов. Требуются большие механические усилия или повышение температуры (при спекании), чтобы преодолеть силы агломерирования [1].

К *физико-химическим методам* относят технологические процессы производства порошков, связанные с глубокими физико-химическими превращениями исходного сырья. Основными методами производства металлических порошков являются способ химического восстановления, электролиз и термическая диссоциация карбонильных соединений [21]. Для производства керамических порошков наибольшее распространение получили методы: газофазный синтез, плазмохимический синтез, термического разложения и восстановления, осаждения из коллоидных растворов, криогенной сушки, самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), электрического взрыва проводников и механосинтез.

Механические методы обеспечивают превращение исходного материала в порошок без заметного изменения его химического состава. Чаще всего используют измельчение твердых материалов в мельницах различных конструкций и диспергирование (распыление) расплавов или растворов [21].

Самый простой метод получения НП – газофазный синтез заключается в том, что изолированные наночастицы получают испарением исходного материала при контролируемой температуре в атмосфере инертного газа низкого давления с последующей конденсацией пара вблизи или на холодной поверхности [22]. Наиболее производительным способом получения высокодисперсных порошков нитридов, карбидов, боридов и оксидов является Плазмохимический синтез и метод Термического разложения и восстановления. Однако основными недостатками этих методов являются низкая селективность, а также высо-

кое содержание примесей в синтезированном порошке [22]. Метод СВС основан на использовании сильной экзотермичности взаимодействия большинства элементов Периодической системы с бором, углеродом, азотом, кремнием и другими металлоидами, связанной с большой теплотой образования продукта. Достоинствами метода являются высокое качество продуктов, простота аппаратного оформления, высокие скорости синтеза, отсутствие существенных энергозатрат и принципиальных масштабных ограничений [21].

Механическое диспергирование твердых смесей (механосинтез) является весьма производительным способом получения больших количеств порошков различных материалов. Для размолы применяют планетарные, шаровые и вибрационные мельницы. Средний размер получаемых порошков может составлять от 10 до 200 нм, однако конечный продукт может быть загрязнен материалом мелющих тел [22].

Быстро развивающимся методом получения тонкодисперсных порошков является электрический взрыв проводников. Для этой цели используются тонкие проводники материала – основы синтезируемого порошка. Электровзрыв проводника представляет собой резкое изменение физического состояния его материала в результате интенсивного выделения энергии в нем при пропускании импульсного тока большой плотности. Регулируя условия взрыва, можно получать порошки с размером частиц от 50 нм до 100 мкм. Меняя атмосферу, в которой производится электровзрыв металлического проводника (кислородная, водородная, аммиачная, инертная), можно получать порошки различного химического состава. Недостатки метода – низкая производительность, сложность сбора продуктов электровзрыва и, как следствие, высокая стоимость порошкового продукта [22].

За исключением газофазных методов, электролиза и некоторых видов распыления жидких металлов и сплавов, режимы изготовления порошков мало способствуют рафинированию и содержанию примесей в них значительно [23]. Развитая поверхность порошков способствует адсорбции газов. Примеси могут находиться в растворенном виде (растворы внедрения и замещения в основном компоненте), в виде отдельных кристаллических или аморфных фаз, а также в виде адсорбированных окклюзированных (захваченных) газов (водорода, кислорода), паров воды, моно- и диоксида углерода.

С повышением дисперсности порошка содержание адсорбированных примесей, как правило, растет. Происхождение примесей связано как с чистотой исходного сырья, так и с условиями получения и хране-

ния порошков. Если газообразные и жидкие примеси могут быть относительно легко удалены термическим воздействием (прокалкой), то кристаллические и аморфные примеси в твердом агрегатном состоянии требуют специальных технологических операций очистки.

### **3.2. Технология получения порошковых конструкционных материалов**

Технология получения порошковых конструкционных материалов и изделий включает операции приготовления шихты, формования, высокотемпературной и дополнительной обработки [24].

Формование порошка – технологическая операция, результатом которой является придание порошковому телу заданных формы, размеров, плотности и механической прочности, необходимых для проведения последующих операций изготовления изделий, обладающих комплексом заданных функциональных и механических свойств. Известно большое количество разных методов формования для производства порошковых изделий [25].

В зависимости от вида формуемого тела в исходном состоянии эти методы различаются: по способу подачи формуемого тела к формообразующим элементам рабочего инструмента – на прерывистые и непрерывные; в зависимости от температуры формования – на холодные (при комнатной температуре) и горячие (при температуре выше температуры рекристаллизации); по способу приложения давления – на статические методы (с постоянным или постепенно возрастающим давлением) и методы без приложения давления.

К прерывистым методам с постепенно возрастающим давлением относятся статическое прессование в закрытой пресс-форме, гидро- и газостатическое прессование, допрессовка, холодная и горячая штамповка на прессах. Прерывистыми методами с мгновенно возрастающим давлением являются ударное, вибрационное, гидродинамическое, магнитно-импульсное прессование, прессование взрывом, штамповка на высокоскоростных молотах. Без приложения давления осуществляется шликерное литье и виброукладка порошка.

К непрерывным методам с постоянным давлением инструмента на формуемое тело относится прокатка, с постепенно изменяющимся (сначала возрастающим, затем уменьшающимся) давлением – мундштучное прессование, экструзия заготовок.

### **3.2.1. Традиционные методы формования порошков**

*Шликерное литье* – один из самых распространенных методов формования керамических материалов, позволяющий без применения высоких давлений получить изделия практически любой формы. Технология шликерного литья достаточно эффективна для получения конструкционной керамики. Шликер состоит из приготовленной соответствующим образом водной (или же с применением другой среды) суспензии порошка требуемой текучести, которую заливают (иногда под избыточным давлением) в пористую керамическую или гипсовую форму требуемого профиля. Иногда в шликеры входят разные добавки: поверхностно-активные для улучшения физико-химических свойств композиций; добавки, ускоряющие затвердевание заготовки и пр. Затем жидкая среда отфильтровывается (отсасывается) через пористую форму либо впитывается в тело гипсовой формы, а порошковая масса плотным и равномерным слоем располагается на стенках формы и постепенно заполняет полость. После просушки форму удаляют, а полученную деталь направляют на спекание. В процессе шликерного литья получается ненапряженная структура заготовки, поскольку при уплотнении порошки не испытывают нагружения и не деформируются [26].

Достоинствами метода шликерного литья являются чистота поверхности заготовок; достаточно однородное распределение плотности по объему; высокая производительность; возможность получения сложных конфигураций; отсутствие потерь материалов.

Недостатки шликерных методов: необходимость использования значительных количеств пластификаторов; необходимость отдельной операции удаления связки, которая осуществляется, в частности, путем установки заготовок на пористые подставки и осторожного нагревания для перевода связки в подвижное состояние, и впитывания ее подложкой с последующим испарением; высокая суммарная длительность получения заготовок; необходимость в больших производственных площадях; потребность в мощном смесительном и сушильном хозяйстве. Кроме того, наличие большого количества пластификатора может быть источником загрязнения исходного сырья, нарушения его стехиометрического состава и причиной остаточной пористости после спекания, что заставляет в каждом конкретном случае подбирать оптимальный состав шликера [25, 26, 27].

*Горячее прессование (спекание под давлением)* – прерывистый горячий способ, совмещающий процессы прессования и спекания, т. е. прессование происходит при достаточно высокой температуре. Для

данного метода используются специализированные пресс-формы из жаропрочной стали, работающие при температурах до 600 °С, либо керамические и графитовые матрицы, способные выдерживать температуры до 3000 °С. Нагрев до температуры свыше 800 °С в таких пресс-формах проводят, как правило, прямым пропусканием электрического тока. Метод горячего прессования наиболее актуален в производстве конструкционной керамики, обладающей эффектом сверхпластичности при повышенных температурах [28], что позволяет значительно снизить стоимость изделий из-за устранения дорогостоящей операции механической обработки.

Достоинствами метода горячего прессования являются очень хорошие механические (прочностные) характеристики получаемых изделий, минимальные допуски по размерам заготовок, относительно невысокие рабочие давления и сокращение времени спекания.

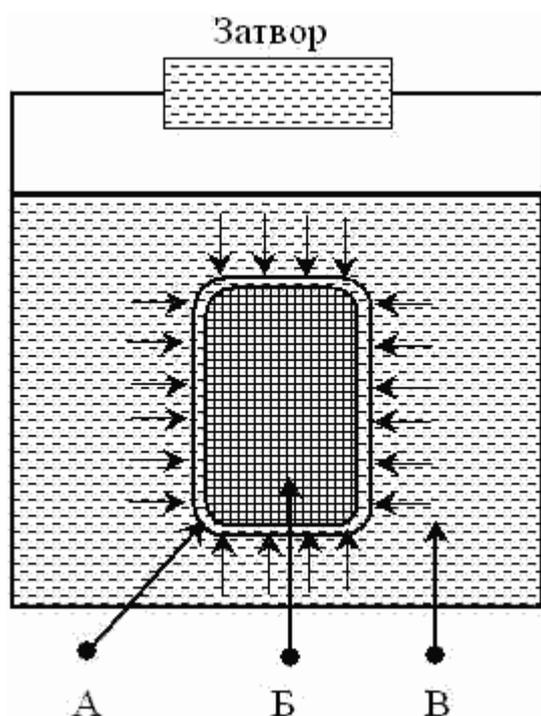
Недостатками метода являются необходимость использования жаропрочных дорогостоящих пресс-форм, их быстрый износ; невысокая производительность процесса. Применение данного метода также ограничено сложностью оборудования, необходимостью поиска приемлемого материала пресс-формы, инертного по отношению к обрабатываемому материалу при повышенных температурах, дешевого, жаропрочного и не обладающего свойством сверхпластичности. При использовании графитового инструмента необходимо принимать во внимание его невысокую прочность, а также возможность науглероживания прессуемой массы [29] и получения спеченного изделия с весьма грубой шероховатой поверхностью.

Кроме того, по данным [30], у керамических сегнетоэлектриков, полученных горячим прессованием, по сравнению с обычным обжигом ухудшаются эксплуатационные свойства. Следовательно, значительное снижение температуры спекания при горячем прессовании некоторых типов технической керамики с практической точки зрения неоправданно.

Другими исследователями [31] отмечается значительный рост зерен, приводящий к ухудшению эксплуатационных характеристик конструкционной керамики, изготовленной этим методом. Таким образом, метод горячего прессования является все еще дорогой и трудоемкой процедурой, применение которой должно, прежде всего, определяться экономической целесообразностью получения материала с более высоким уровнем свойств.

*Гидростатическим (изостатическим) прессованием* называется такой прерывистый способ формообразования металлокерамических де-

талей, при котором порошок, заключенный в эластичные резиновые или пластичные металлические оболочки (рис. 3.1), равномерно и все-сторонне обжимается жидкостью либо газом под давлением, постепенно возрастающим до максимума. Эластичная оболочка, свободно деформируясь под давлением жидкости, не препятствует всестороннему обжатию порошка при прессовании и в то же время предохраняет его от проникновения рабочей жидкости.



*Рис. 3.1. Схема изостатического прессования:*

*А – оболочка; Б – заготовка;  
В – рабочая жидкость*

Достоинства изостатического прессования — это высокая равномерность распределения давления и плотности в заготовке, поскольку трение порошка о стенки пресс-формы практически отсутствует, а наблюдаемый незначительный радиальный перепад плотности обусловлен взаимным трением слоев порошка. Однако эти эффекты для большинства порошков проявляются слабо, и прессуемая заготовка имеет примерно одинаковую плотность во всех точках любого сечения готового изделия. Метод гидростатического прессования позволяет получать заготовки с любым отношением длины к поперечному сечению.

Недостатки метода: неточность размеров получаемых заготовок; шероховатость их поверхности, что заставляет применять последующую механическую обработку до требуемой формы; недостаточно высокая производительность оборудования. Также к недостаткам можно отнести и весьма высокую стоимость изготовления и эксплуатации гидро/газостатов, применение которых оправдано с экономической точ-

ки зрения только для очень ответственных и дорогостоящих изделий или для материалов, которые не представляется возможным сформовать другими методами.

В некоторых случаях прибегают к приему изостатической допрессовки заготовок, полученных обычным прессованием, что дает ощутимый эффект повышения их плотности и равномерности ее распределения по объему.

*Способ квазиизостатического прессования* обеспечивает объемное (всестороннее) обжатие прессуемого материала и представляет собой упрощенный вариант изостатического прессования, сочетающий преимущества статического и гидростатического способов. Принцип квазиизостатического прессования заключается в том, что средой, передающей равномерное давление, служит эластичный толстостенный элемент (из резины, синтетического каучука и т. д.), формирующей наружную и/или внутреннюю поверхность изделия. Уплотнение порошка происходит за счет сжатия эластичной толстостенной оболочки, помещенной в закрытую жесткую пресс-форму.

Недостатками метода квазиизостатического прессования является то, что для его реализации требуется дополнительная технология изготовления вспомогательных формообразующих элементов, стойкость и срок службы которых невысоки. Процессы метода достаточно сложно автоматизировать, отсюда их низкая производительность и экономичность [32]. Проблемой является и соблюдение точных размеров прессовок, особенно при изготовлении изделий сложной формы, что также требует их последующей механической обработки.

*Динамические методы прессования* порошков (взрывное, разряд в жидкости, электромагнитное, магнитно-импульсное и др.) протекают при высоких динамических (импульсных) давлениях (более 2 ГПа).

При ударном способе прессования уплотнение порошка происходит за счет ударной волны от движущегося пуансона. При взрывном — уплотнение порошка, помещенного в эластичную оболочку, идет за счет мгновенно возрастающего давления от взрывной волны. В случае электромагнитного метода порошок засыпают в пространство между стальной оправкой и медной трубкой, помещают в наружную трубу из нержавеющей стали, отделенную от медной изолятором. При разряде конденсаторов магнитное поле коаксиальных проводников обжимает медную оболочку высоким давлением.

Динамические методы компактирования обладают рядом преимуществ по сравнению с другими видами формования: снижение до ми-

нимума расходов на пресс-инструмент, отсутствие или сведение к минимуму упругого последействия прессуемого изделия, а также достижение высокой плотности [25]. В свою очередь, высокие импульсные давления компактирования порошков предъявляют повышенные требования к прочности пресс-инструмента, ограничивают возможности изготовления крупногабаритных изделий. В силу импульсного характера воздействия в компактах создаются нерелаксированные напряжения, которые требуется отжигать перед извлечением изделия [33]. Недостатком также является низкая производительность процесса и необходимость применения энергоемкого и дорогостоящего оборудования. Как правило, для динамических методов требуются специальные операции предварительной подготовки порошков для разрушения агломератов, удаления сорбированных газов (что актуально для НП): вакуумирование и отжиг при повышенных температурах. В силу импульсного характера воздействия в компактах создаются нерелаксированные напряжения, которые требуется отжигать перед извлечением компактов.

*Пластичное (полусухое) формование* характеризуется применением сравнительно малых давлений, так как в состав формовочных масс вводятся различные жидкие пластификаторы. Увеличение содержания пластификаторов приводит к повышению равномерности распределения плотности, но увеличивает содержание посторонних примесей и ограничивает максимальную плотность прессовки.

*Прокатка* является одним из методов непрерывного формования, позволяющих получать изделия с равномерной плотностью, длина которых существенно превосходит их ширину при малой толщине. Сущность метода заключается в подаче порошка из бункера в зазор между двумя вращающимися навстречу друг другу валами. Недостатком метода является ограниченная номенклатура возможных форм изделий (лента, пластины, желоба) [17].

*Мундштучное формование* – формование порошка продавливанием через отверстие (рис. 3.2), определяющее форму и размеры поперечного сечения изделия [25]. Важной операцией является подготовка порошкового тела к выдавливанию, предусматривающая обязательное применение пластификатора (раствор каучука или парафина в бензине, раствор бакелита в спирте или поливинилового спирта в воде, декстрин), количество которого обычно превышает 6 %. Мундштучным формованием изготавливают прутки, трубы, сверла, уголки и другие длинномерные изделия с равномерной плотностью из трудно прессуемых материалов. После формования заготовки подвергают сушке и, если требуется, спеканию [34].

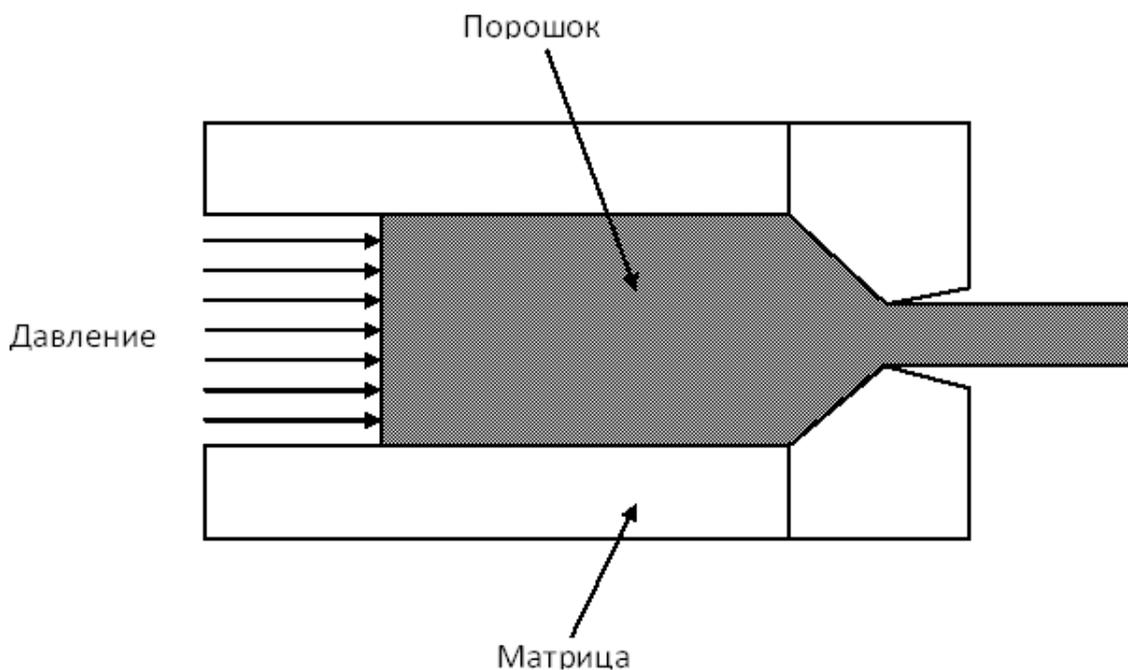


Рис. 3.2. Пресс-форма для мундштучного формования

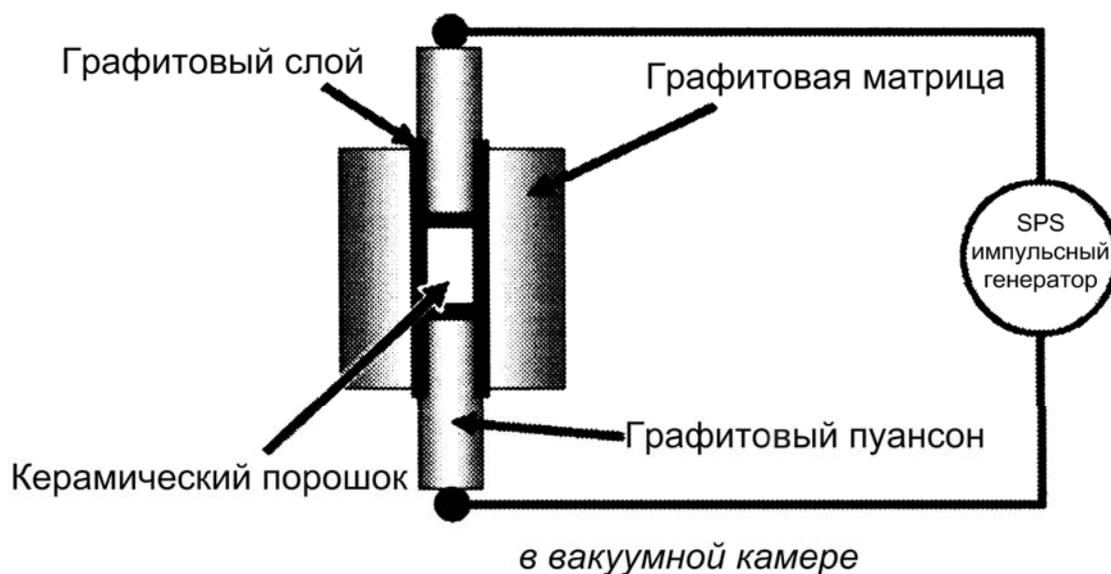
### 3.2.2. Перспективные методы формования порошков

В настоящее время интенсивно развиваются *электроимпульсные методы спекания* порошков. Их принцип заключается в совместном воздействии на порошковый материал кратковременным ( $10^{-3}$ – $10^{-5}$  сек) мощным электрическим разрядом (энергия в разряде от 1 до 100 кДж) и механическим давлением. Материал в зоне воздействия разогревается до очень высоких температур вплоть до плазменного состояния. При этом механическое давление в зоне воздействия формирует требуемые свойства получаемых изделий. Достоинствами данной технологии являются: экологическая чистота; высокая экономичность (энергозатраты при ее использовании на порядок ниже, чем в традиционных порошковых технологиях); проведение технологического процесса без создания вакуума или инертной атмосферы.

Существенное влияние на процесс спекания и свойства получаемых этим способом материалов оказывают: скорость ввода энергии электромагнитного поля в порошковый материал, пространственное распределение вводимой энергии в течение процесса спекания, характер и величина механического давления, приложенного к порошковому материалу в процессе электроимпульсного спекания. Высокая концентрация энергии в зонах контактов частиц порошка переводит веще-

ство из твердого состояния в жидкое и частично в плазменное. Физические процессы в контактных зонах характеризуются высокой пространственной неоднородностью и нестационарностью во времени. Широкий диапазон изменения электрофизических параметров воздействия на порошковый материал обуславливает многочисленность этих способов. К ним относится электроразрядное спекание (ЭРС), электроимпульсное спекание под давлением (ЭИСД), электроимпульсное спекание, электроимпульсное прессование, Plasma Assisted Sintering (PAS), and Electroconsolidation, High Energy High Rate Processing (HEHR), Electric Discharge Compaction (EDC), Field assisted sintering technique (FAST), Spark Plasma Sintering (SPS) и ряд других.

Электроимпульсные методы спекания порошков применяются при получении материалов с уникальными свойствами. Например, наиболее эффективный и относительно просто реализуемый метод SPS (рис. 3.3) применяется для получения FGM (Functionally Graded Materials, материал, в котором непрерывно или ступенчато изменяются его структурный состав и функциональные свойства), композиционных материалов. Также применение метода SPS способствует изготовлению наноматериалов без характерного роста зерна.



*Рис. 3.3. Общая схема установки электроимпульсного спекания методом SPS*

Эта особенность позволяет рассматривать способ SPS в качестве наиболее перспективного метода консолидации и спекания новых материалов, таких как наноструктурированные керамики, композиты, полимеры [35]. Уникальная особенность SPS-метода определяется

5 факторами: разряд плазмы, механическое воздействие плазмы (удар плазмы), электрическое поле, электрический ток, быстрое нагревание. Спекание в разряде плазмы при быстром нагревании приводит к формированию хорошо связанных наноразмерных кристаллитов консолидируемого порошка.

Достоинствами данной технологии являются экологическая чистота, высокая экономичность, проведение технологического процесса без создания вакуума или инертной атмосферы.

Еще одним из способов производства наноструктурных материалов является *метод интенсивной пластической деформации* [36, 37]. Авторы определяют несколько требований к методам интенсивной пластической деформации (ИПД) для получения наноструктур в объемных образцах. Это – важность получения наноструктур, имеющих преимущественно большеугловые границы зерен, поскольку именно в этом случае происходит качественное изменение свойств материалов; формирование наноструктур, однородных по всему объему образца; в образцах не должно быть механических повреждений, несмотря на их интенсивное деформирование. Кроме того, методы, использующие интенсивную пластическую деформацию исходной заготовки, позволяют практически полностью исключить пористость в процессе приготовления нанокристаллических материалов с размером зерен в несколько десятков-сотен нанометров.

В настоящее время для формирования однородной нанокристаллической структуры используют специальные методы деформирования: кручение под квазигидростатическим давлением или одноосным сжатием, всесторонняя ковка, равноканальное угловое прессование [36, 38, 39].

К числу основных методов, с помощью которых были достигнуты большие деформации без разрушения образцов, относятся кручение под высоким давлением и равноканальное угловое прессование (рис. 3.4).

При деформации кручением под высоким давлением полученные образцы имеют форму дисков. При этом образец помещается между бойками и сжимается под приложенным давлением  $P$  в несколько ГПа. Нижний боек вращается и силы поверхностного трения заставляют образец деформироваться сдвигом. Геометрическая форма образцов такова, что основной объем материала деформируется в условиях квазигидростатического сжатия под действием приложенного давления и давления со стороны внешних слоев образца. В результате деформируемый образец, несмотря на большие степени деформации, не разрушается. Для расчета степени деформации применяются различные соотношения, приведенные в [36].

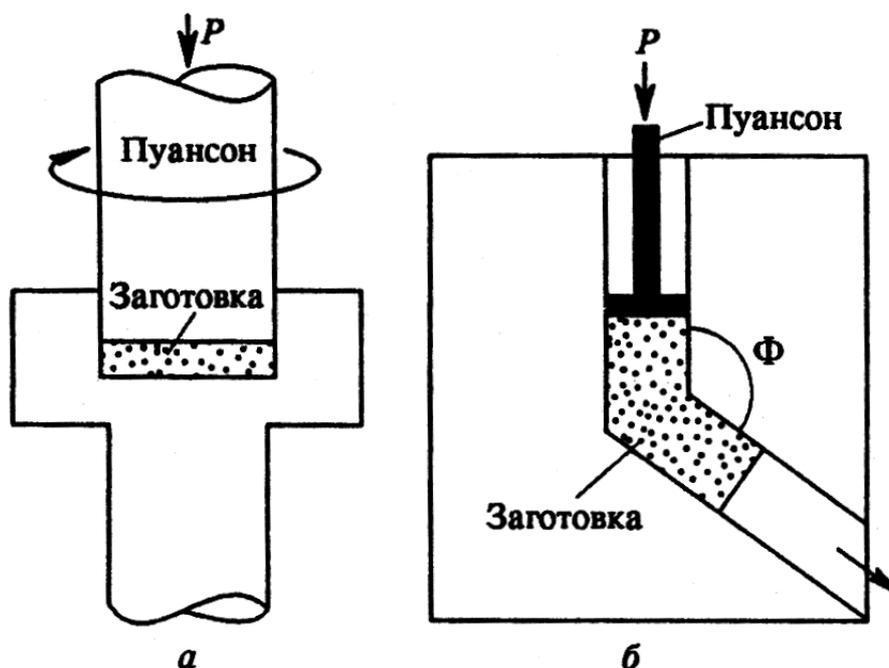


Рис. 3.4. Схемы реализации методов интенсивной пластической деформации:

*а* – кручение под высоким давлением; *б* – равноканальное угловое прессование

Метод интенсивной пластической деформации кручением используется не только для измельчения структуры, но и как метод консолидации образцов [36].

Самой популярной технологией обработки объемных материалов методом интенсивной пластической деформации в лабораторных условиях является равноканальное угловое прессование (РКУ). При реализации РКУ-прессования заготовка неоднократно продавливается в специальной оснастке через два канала с одинаковыми поперечными сечениями, пересекающимися углом  $90^\circ$ . При необходимости в случае труднодеформируемых материалов деформация осуществляется при повышенных температурах. Принципы и варианты РКУ-прессования подробно представлены в работе [36].

Методы интенсивной пластической деформации могут обеспечивать формирование наноструктур в различных материалах: в чистых металлах, в полупроводниковых материалах – германии и кремнии, имеющих кристаллическую решетку типа алмаза, в металлокерамических композитах. В чистых металлах средние размеры зерен могут быть получены величиной 100 нм и меньше, в германии и кремнии – меньше 50 нм, в металлокерамических композитах – 60 нм [36, 40]. Экспериментальными исследованиями определено, что характер формирую-

щейся наноструктуры определяется как самими материалами (исходной микроструктурой, фазовым составом, типом кристаллической решетки), так и условиями ИПД (методом деформации, скоростью, температурой) [36].

Формирование наноструктур при интенсивной пластической деформации изучается с применением различных экспериментальных методов, в том числе методов электронографии по изучению дифракционного контраста в зернах; по последнему определяется уровень внутренних напряжений, который в ИПД-образцах аномально высок, и упругие искажения кристаллической решетки [36].

В работе [40] изучаются механизмы измельчения зерен в алюминиевых сплавах, подвергнутых пластической деформации, выделяются две основные концепции структурных изменений, происходящих в процессе деформации. По одной концепции полагают, что при низких температурах измельчение зерен до субмикронного уровня в алюминиевых сплавах при равноканальном угловом прессовании происходит путем вытягивания и сжатия границ зерен при деформации и последующем делении полосовой зеренной структуры поперечными большеугловыми границами, формирующимися прерывисто. Предполагается, что этот процесс обеспечивает образование основной доли большеугловых границ. Формирование дополнительных деформационно-индуцированных границ играет менее значимую роль.

Другой механизм измельчения зерен предполагает, что новые зерна нанометрического размера образуются в результате непрерывной реакции – непрерывной динамической рекристаллизации.

Отличием ИПД от других методов деформационной обработки материалов является формирование структур высокоугловыми разориентировками, что в сочетании с наноразмером зерен определяет необычные свойства таких материалов [36, 41].

#### *Прессование с применением ультразвуковых колебаний.*

Единственным способом, позволяющим снизить пристенное трение без внесения посторонних веществ в материал изделия, является применение *механических колебаний* [42, 12]. При этом эффективность процесса снижения пристенного трения растет с повышением частоты колебаний вплоть до ультразвукового диапазона [42].

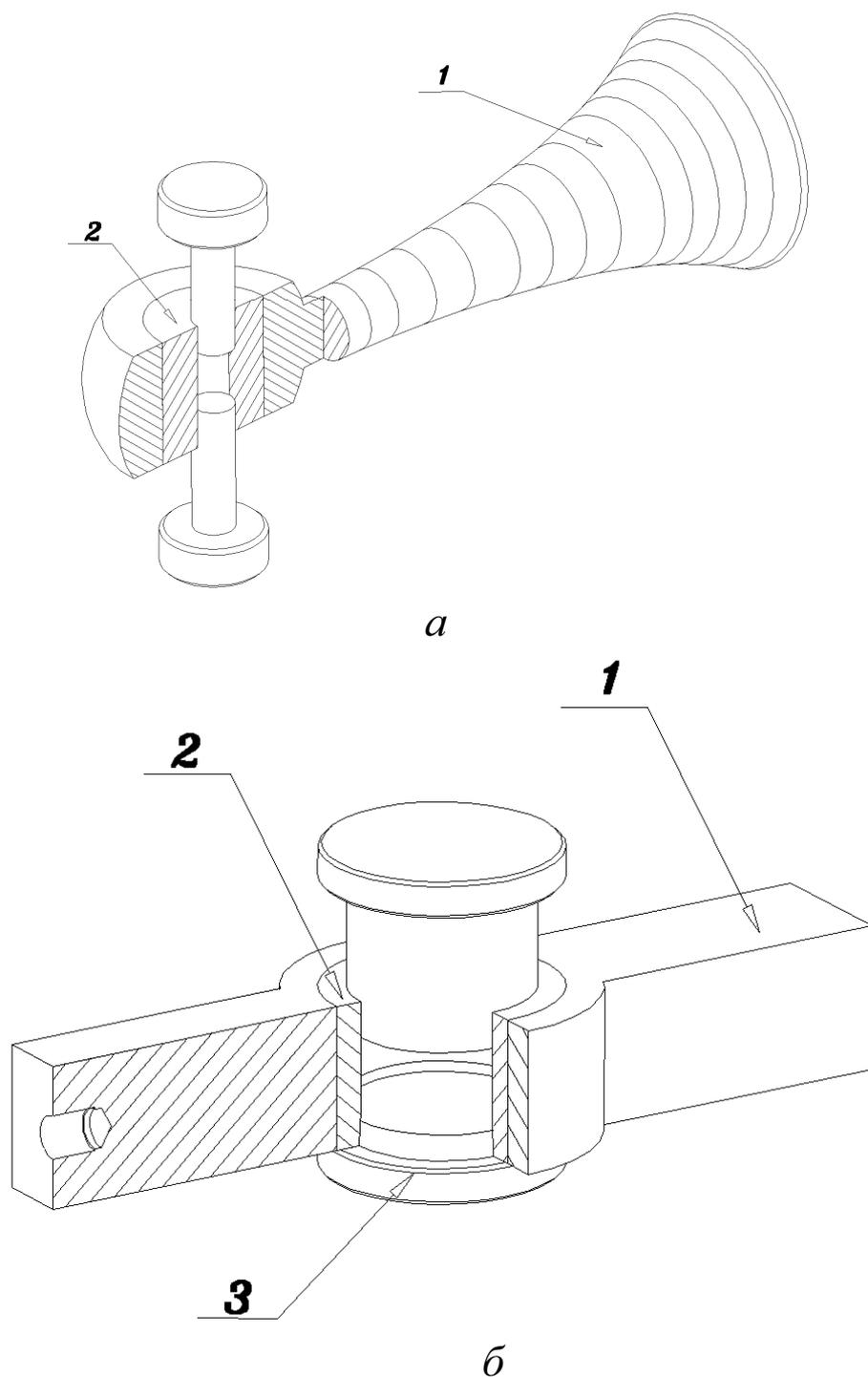
В [43–47] предложен и обоснован метод сухого прессования керамических нанопорошков под ультразвуковым воздействием. Метод заключается в том, что колебательное смещение частиц или агломератов нанопорошка под действием ультразвука, осуществляемом в некото-

ром диапазоне давлений прессования, близко к средним размерам этих частиц (агломератов). Для этой цели подбирают соответствующую амплитуду УЗ-колебаний, подводимых к пресс-форме. Тем самым используется размерный фактор нанопорошков, когда даже на достаточно большой глубине прессовки колебательные смещения наночастиц порошка от действия затухающего ультразвука будут соизмеримы с их малым размером.

Оптимальное УЗ-компактирование на начальных стадиях прессования в идеальном случае предполагает монодисперсность порошка при отсутствии затухания колебаний в объеме слабо связанного порошкового тела. Реальный порошок всегда полидисперсный, поэтому практически при любой амплитуде УЗ-колебаний найдется такой диапазон размеров частиц, который будет соответствовать их колебательному смещению после затухания колебаний в порошковом теле на некотором расстоянии от вибрирующей поверхности пресс-формы. В слабо связанном полидисперсном порошковом теле существует участок объема, находящийся в квазирезонансном по отношению к текущим параметрам ультразвукового воздействия в данной области состояния. В этом участке процессы взаимной укладки частиц в условиях снижения межчастичного трения протекают наиболее эффективно. При повышении давления прессования плотность порошкового тела возрастает не одинаково по его объему, а постепенно от периферийных слоев вглубь прессовки. Квазирезонансная область порошкового тела так же постепенно меняет свое положение, распространяясь от периферии к центру прессовки в некотором диапазоне давлений прессования.

Таким образом, на разных стадиях процесса УЗ-прессования порошков каждый участок объема порошкового тела претерпевает квазирезонансное воздействие.

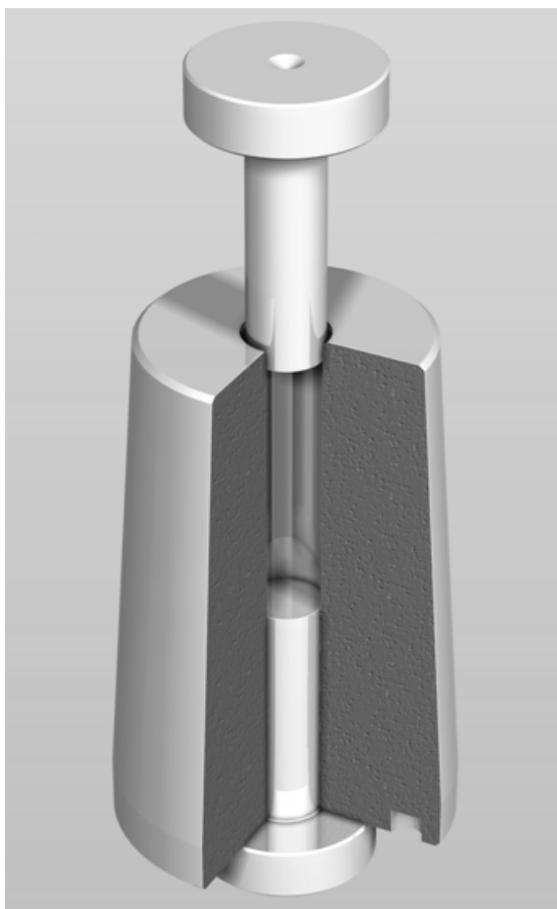
Для ультразвукового воздействия на керамические порошковые материалы и их компактирования с наложением УЗ-колебаний используется как стандартное оборудование (ультразвуковой генератор, преобразователи, гидравлический пресс), так и специально разработанная для этих целей ультразвуковая и прессовая оснастка (рис. 3.5). Для возбуждения механических колебаний используются ультразвуковые генераторы. В зависимости от вида воздействия используют генераторы определенного диапазона частот, а в зависимости от обрабатываемых объемов (массы объекта воздействия) — генераторы определенной мощности.



**Рис. 3.5. Различные варианты пресс-форм, реализующих метод УЗ-прессования порошков:**  
**а** – ультразвуковая пресс-форма с радиальным подведением колебаний через стержневой экспоненциальный концентратор;  
**б** – пресс-форма для ультразвукового компактирования изделий цилиндрической формы с большим отношением радиального к осевому размерам

### 3.3. Проблемы методов одноосного прессования порошков

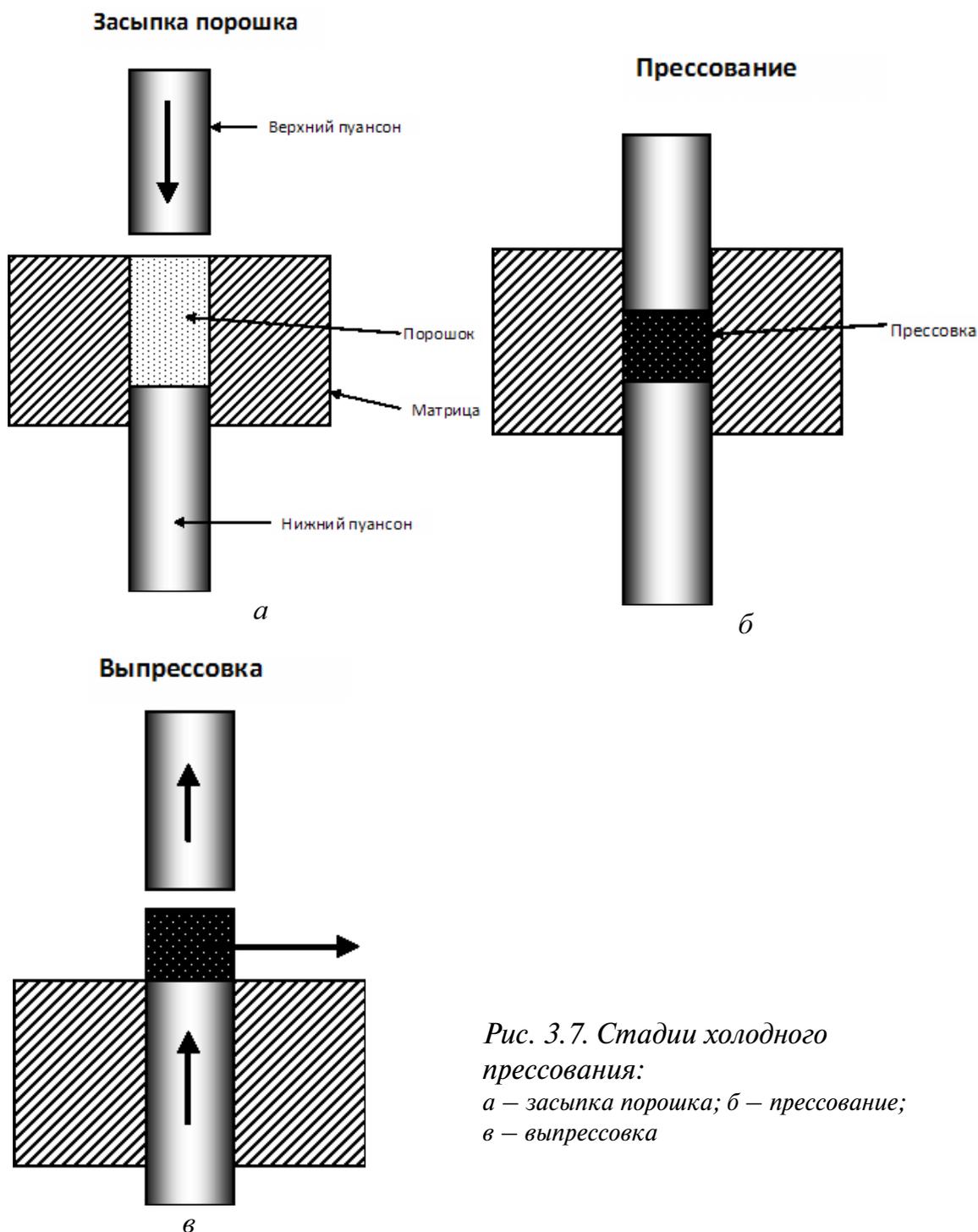
Проведенный анализ существующих технологий компактирования позволяет заключить, что наиболее простым для технической реализации и перспективным для дальнейшего совершенствования способом формования порошков является холодное прессование в закрытых жестких пресс-формах. Этот технологический вариант формования деталей из порошков представляет собой прерывистый процесс, при котором гидравлическая площадь прессуемого изделия остается постоянной в течение всего процесса прессования, плотность увеличивается за счет уменьшения высоты, а давление непрерывно возрастает до определенной заданной максимальной величины или по достижении заданной высоты или плотности изделия. Процесс протекает в закрытой со всех сторон пресс-форме при комнатной температуре и атмосферном давлении (рис. 3.6) [48]. При этом происходит уплотнение порошка за счет уменьшения объема пор, повышения удельной поверхности соприкосновения частиц, увеличения текучести порошка, происходят упруго-пластические деформации или хрупкое разрушение частиц и их



агломератов на поверхностях контакта. Вследствие чего деформируемое порошковое тело упрочняется.

В общем случае процесс холодного прессования состоит из трех стадий (рис. 3.7). На первой стадии в полость матрицы засыпается необходимое количество порошка, затем в зависимости от выбранного метода прессования (одностороннее или двухстороннее) к пуансонам прикладывается давление, последней стадией холодного прессования является выпрессовка.

*Рис. 3.6. Пресс-форма для одноосного прессования*



*Рис. 3.7. Стадии холодного прессования:  
а – засыпка порошка; б – прессование;  
в – выпрессовка*

В результате холодного прессования в закрытых пресс-формах получается прессовка, по форме и соотношению размеров соответствующая готовой детали с припусками, необходимыми для прохождения последующих операций [48].

Плотность спрессованной детали и характер ее распределения зависят от ряда факторов: формы и размеров детали, давления прессова-

ния, свойств и гранулометрического состава порошка, состояния стенок пресс-формы, наличия смазки, схемы перемещения формообразующих элементов пресс-формы.

Односторонним прессованием в закрытых пресс-формах называется такой метод прессования, при котором давление передается от прессующего пуансона одному (верхнему или нижнему) слою порошка в пресс-форме перпендикулярно к нему, а противоположный ему слой, прилегающий к неподвижному пуансону, не имеет перемещения относительно стенок матрицы и уплотняется наименее интенсивно.

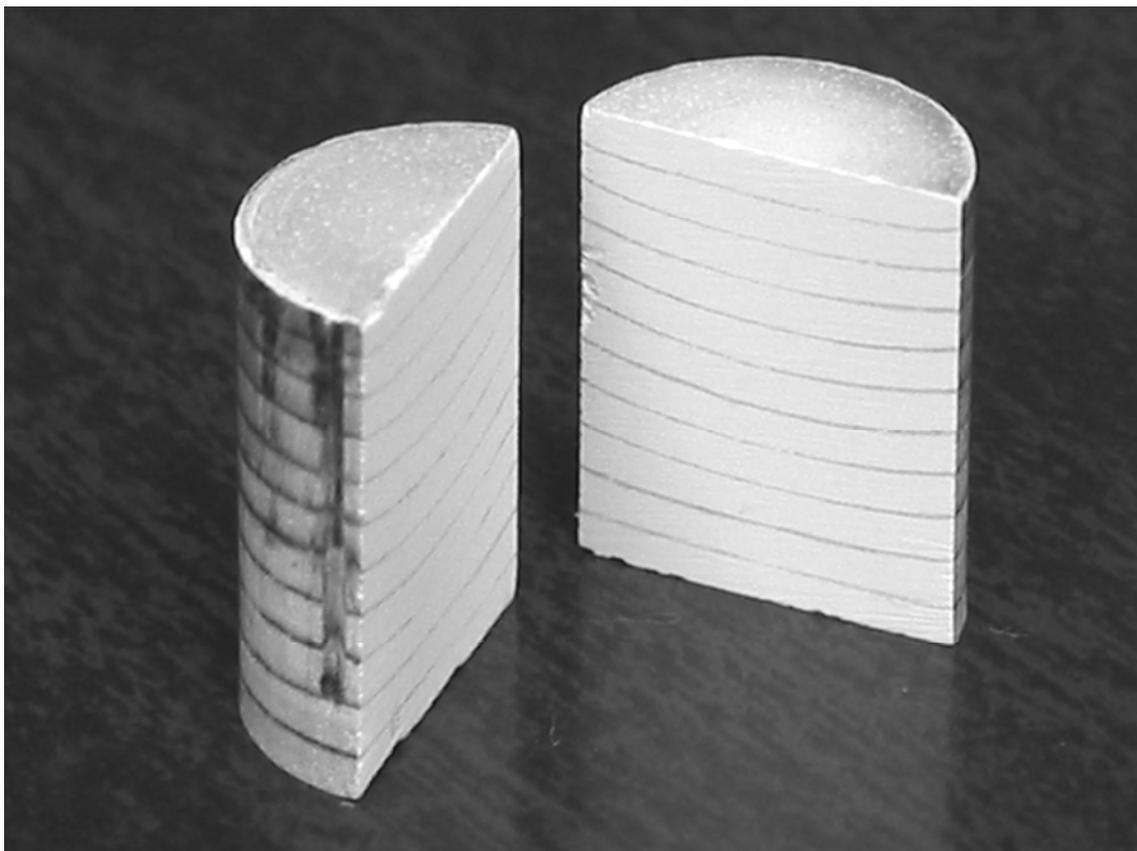
При двухстороннем прессовании оба пуансона перемещаются относительно матрицы пресс-формы. При этом крайние противоположные слои порошкового тела перемещаются относительно формообразующих стенок матрицы навстречу друг другу. При этом повышенной плотностью обладают верхняя и нижняя части детали, а зона с наименьшей плотностью образуется в центральной части, а неравномерное распределение плотности по высоте изделия вдвое меньше, чем при одностороннем прессовании изделия аналогичных размеров.

При обоих методах прессования, кроме неравноплотности по высоте, наблюдается также неравномерное распределение плотности по перпендикулярному оси прессования сечению изделия. Плотность в каждом горизонтальном слое уменьшается в верхних слоях от периферии к центру, а в нижних — от центра к периферии [48].

Периферийные участки боковой поверхности порошкового тела испытывают трение о формообразующую поверхность матрицы, а их перемещение под действием усилия прессования запаздывает относительно перемещения внутренних участков. В результате каждый слой порошкового компакта при уплотнении деформируется не равномерно, а с некоторым изгибом и уменьшением степени деформации в сторону, удаленную от подвижного пуансона (рис. 3.8).

Наряду с описанным недостатком неоднородности распределения плотности прессовок вдоль оси прессования имеются также определенные недостатки способа, связанные с возникновением специфических макродефектов порошковых изделий, полученных данным способом: расслоение и растрескивание изделий из жестких порошков на стадии их извлечения из пресс-формы за счет эффектов упругого расширения.

На зависимость уплотнения порошка от давления прессования влияет множество факторов, многие из которых являются причинами возникновения дефектов прессовок. Эти факторы связаны в основном с особенностями напряженно-деформированного состояния порошкового тела.



*Рис. 3.8. Продольный разрез длинномерной прессовки с маркированными слоями*

При прессовании брикета внешнее давление, передаваемое через пуансон, уравнивается равными ему и противоположными по направлению внутренними силами. Внутренние силы развиваются не только в направлении давления, но и во всех других (боковое давление), уравнивая реакцию боковых стенок пресс-формы [49].

При снятии давления прессования (по окончании процесса компактирования), когда порошковое тело, находясь в напряженном состоянии, получает возможность расширяться вдоль оси прессования на величину, зависящую от его внутренних упругих сил и давления прессования [50]. Процесс увеличения размеров прессовки после снятия давления прессования, а также выпрессовывания брикета из формирующей полости пресс-формы, называют упругим последствием. Кроме того, на прессовку после снятия давления прессования оказывает влияние матрица пресс-формы, расширенная распирающими усилиями бокового давления в процессе компактирования. После снятия давления прессования внутренняя полость матрицы радиально сжимается на величину, зависящую от силы бокового давления, толщины стенки матрицы и упругих свойств ее материала.

Указанные факторы при высоких давлениях, значительной жесткости порошка и недостаточной прочности отпрессованного брикета приводят к его разрушению, появлению трещин, сколов и пр. Трещины, возникающие при этом, могут располагаться в любом месте прессовки и имеют различную величину. Величина трещины определяется прочностными свойствами сформированного изделия и зависит от сцепляемости частиц порошка. Общим для этого типа разрушения является следующее: плоскость трещины расположена под некоторым острым углом (близким к величине угла внутреннего трения порошкового тела в этом состоянии) к плоскости, перпендикулярной направлению прессования; отколовшийся участок наезжает на остальную часть прессовки, а кромка трещины этого участка приподнимается над кромкой основного; поверхности сколов рыхлые и негладкие, что объясняется истиранием их друг о друга при смещении. В зависимости от прочностных свойств и условий извлечения образца из формующей полости трещины этого типа могут пересекать весь образец от верхней до нижней его плоскости или, начинаясь на одной из них, переходить на его боковую поверхность, или соединяться в толще образца с трещинами других типов, если имеются таковые или заложены предпосылки для их возникновения. По причине возникновения данного типа дефектов в дальнейшем будем называть их дефектами раздавливания. Для избежания дефектов раздавливания приходится искать оптимальную величину давления прессования, при которой прессовка имеет достаточную для дальнейшей технологической обработки прочность и величину упругого последействия, не приводящую к ее разрушению.

Следует заметить, что не для всех типов порошковых материалов такое оптимальное давление существует. Известен класс трудноуплотняемых, жестких порошков, для формования которых традиционный метод сухого одноосного статического прессования в закрытых пресс-формах непригоден. Для этих порошков величина упругого последействия при любом давлении прессования превышает величину предельно допустимого формоизменения прессовки. Для предотвращения разрушения образцов приходится добавлять в порошок значительное количество пластификатора или связки. С той же целью приходится увеличивать толщину стенки матрицы или применять для ее изготовления материал с высоким значением модуля Юнга. Все это накладывает определенные ограничения на исследуемый диапазон давлений прессования и повышает общие требования к качеству изготовления и материала пресс-формы.

Еще одним негативным действием внутренних сил в рассматриваемом способе является процесс извлечения прессовки из матрицы по окончании компактирования. Если прессовка в момент снятия давления прессования не была разрушена в силу причин, описанных выше, то она находится в напряженном и деформированном состоянии. После этого, как правило, одним из пуансонов пресс-формы прессовку выталкивают из матрицы. При этом прессовка, зажата стенками матрицы, испытывает дополнительное одностороннее механическое воздействие, способное привести к ее разрушению. Для избежания этого необходимо весь процесс выталкивания прессовки проводить плавно, без рывков и остановок, что не всегда удается реализовать на практике.

Еще один недостаток способа также проявляется на этапе выталкивания прессовки из матрицы. Это расслоение прессовки на несколько частей. Разрушение происходит в момент, когда часть прессовки зажата боковыми стенками, а часть уже вышла за пределы обреза матрицы и, ничем не удерживаемая, расширяется в поперечном направлении. Если в этом случае прочности прессовки хватает, чтобы противостоять разрушению раздавливания при снятии давления прессования, то прессовка может расслоиться на части в местах выхода ее за пределы матрицы. Дефекты расслоения наблюдаются у материалов с большим упругим последствием при высоких давлениях прессования (по этой причине в некоторых работах такой тип брака называют «перепрессовкой») и иногда сопровождают дефекты раздавливания оставшейся в матрице части прессовки.

Следует упомянуть о еще одном типе дефектов прессовок, напрямую не связанном со способом прессования. Это растрескивание прессовок, происходящее в силу анизотропии их упругого расширения, низких прочностных свойств, внутренних напряжений и неравноплотности, даже если процесс извлечения был проведен с одновременным высвобождением прессовки во всех направлениях с использованием специальных конструкций пресс-форм [51]. Данный тип разрушения представляет собой дефекты расширения прессовки, когда возникшие в ней напряжения, превышающие пределы ее прочности на разрыв, не реализовались в разрушениях других типов. Этот тип разрушения представляет собой несколько трещин (реже – одну) различной длины, идущих от края прессовки (от боковой поверхности) к ее центральной части и обычно направленных в общую точку (зону). Трещины, как правило, прямые и вертикальные, то есть плоскость скола сонаправлена оси прессования; поверхность его гладкая и ровная. Такое разрушение

может произойти как сразу после извлечения, так и по прошествии достаточно продолжительного времени хранения прессовки (и даже на начальных этапах спекания) в процессе релаксации внутренних напряжений и зависит от свойств прессовки и исходного порошка (сцепляемости частиц и их жесткости) и величины давления прессования.

Происходящее при прессовании перемещение частиц порошка приводит к возникновению давления на стенки матрицы пресс-формы, которое называют боковым. Оно обусловлено в основном трением между частицами, называемым межчастичным, заклиниванием и других факторов, затрудняющих смещение частиц. Боковое давление не остается постоянным по высоте прессовки, так как существуют силы трения, возникающие между движущимися частицами порошка и стенками пресс-формы – пристенное трение. В результате часть давления прессования (иногда до 60–90 %) тратится на его преодоление и происходит уменьшение усилия прессования по высоте прессовки, а следовательно уменьшается и боковое давление. С наличием пристенного межчастичного трения связано также неравномерное распределение плотности в объеме прессовки. Плотность падает по высоте брикета в направлении прессования по мере уменьшения его усилия из-за потерь на преодоление внешнего трения.

Кроме уже описанных типов дефектов прессовок, анизотропия их свойств всегда приводит к формоизменению, а иногда к короблению и растрескиванию на стадии спекания, когда менее плотные участки порошкового тела претерпевают большую по сравнению с более плотными участками усадку [52]. Любые неконтролируемые формоизменения крайне нежелательны при производстве изделий из прочной и твердой конструкционной керамики, последующая механическая обработка которых весьма затруднительна и дорога. В случае одностороннего одноосного статического прессования цилиндрических образцов в закрытых пресс-формах, после их спекания диаметр нижней (удаленной от прессующего пуансона) части образца оказывается меньше верхнего диаметра. В результате, например, вместо ожидаемого изделия цилиндрической формы получается усеченный конус [52].

Следует также упомянуть об ограничениях возможности применения способа одноосного прессования при производстве изделий высоких групп сложности (штулок с буртом и с радиальными отверстиями и выступами) [17].

Основной причиной всех перечисленных недостатков способа одноосного прессования является неравномерность распределения раз-

личных свойств по объему прессовок, которая в свою очередь является следствием возникновения сил пристенного трения. Таким образом, большинство проблем, возникающих при использовании способа статического прессования порошков в закрытых жестких пресс-формах можно решить, сведя величину сил пристенного трения к минимуму или взаимно компенсировав их частичным изменением направления их действия. Снижения величины пристенного трения в процессе компактирования достигают использованием различных смазок и введением пластификаторов, что приводит к нарушению стехиометрии исходного сырья. Кроме того, введение пластификаторов является причиной остаточной пористости, например, получение высокоплотной конструкционной керамики методом шликерного литья до сих пор представляет определенную трудность [53].

Применение двустороннего прессования (метод плавающей матрицы [25, 54]), при котором силы пристенного трения на различной высоте прессовки имеют противоположные направления, позволяет уменьшить перепад плотности только в два раза.

Несмотря на описанные недостатки, метод холодного прессования порошковых материалов в закрытых пресс-формах остается наиболее простым и универсальным способом получения прессовок различной формы, не требующим сложного оборудования и позволяющим относительно легко реализовать многоместную схему прессования в условиях массового производства изделий из порошков любых составов. Достоинства данного метода формования: принципиальная простота реализации; возможность автоматизации и механизации с высокой производительностью; высокая воспроизводимость размеров заготовок.

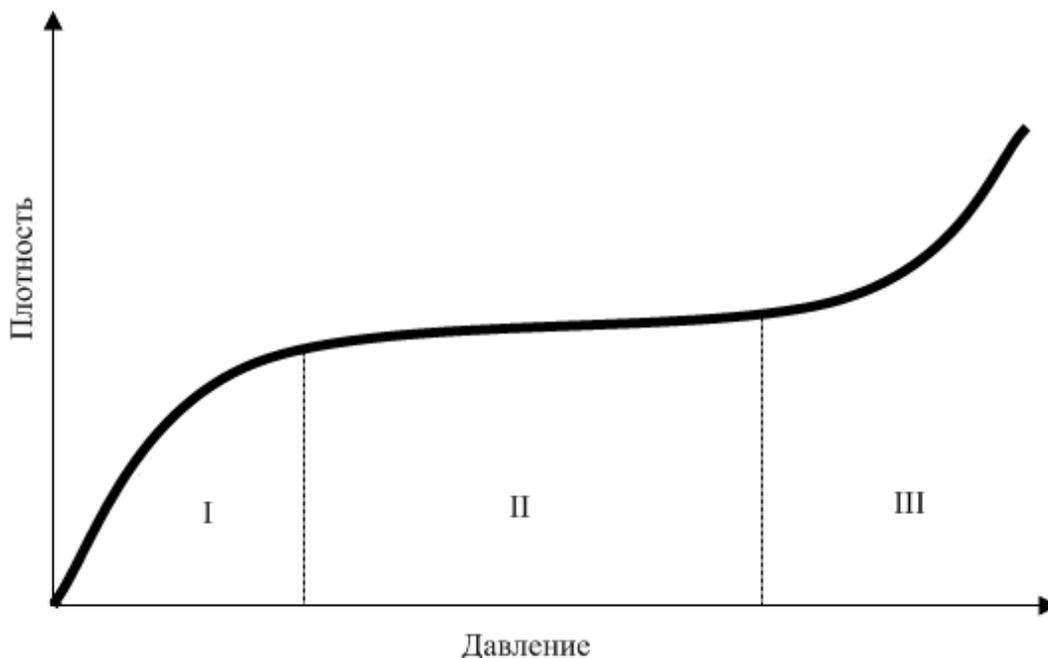
Глава 4  
**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПРОЦЕССА  
ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ  
В ЗАКРЫТЫХ ЖЕСТКИХ ПРЕСС-ФОРМАХ**

Дальнейшее развитие существующих и новых технологий производства технической керамики невозможно без должного развития соответствующей теоретической базы.

В общем виде прессование представляет собой формование тел путем приложения давления к порошку в закрытой форме или оболочке. При деформировании порошкового (или сыпучего) тела меняется не только его форма, но и, главным образом, объем и плотность. Обычно за счет уменьшения пористости в процессах уплотнения ультрадисперсных порошков объем сокращается в 3–5 раз.

Выявление зависимости между приложенным давлением прессования и плотностью прессовок является одним из главных вопросов теории и технологии прессования порошковых материалов [49]. Выводу, проверке и использованию такого рода зависимостей посвящено значительное количество исследований, наибольшее число которых было проведено в 30–60 гг. XX в.

По данному вопросу приведено множество моделей поведения порошкового тела под действием внешней нагрузки [50–52, 54–64], выработанных исходя из различных представлений о механизмах процесса уплотнения. Большинство исследователей условно разделяют процесс уплотнения на последовательные стадии (обычно три стадии), в каждой из которых преобладает свой механизм формоизменения прессовки (рис. 4.1) [51, 64–67]. Первая стадия характеризуется наиболее интенсивным уплотнением частиц порошка и наиболее благоприятной их упаковкой за счет «разрушения арок и мостиков» и свободного перераспределения частиц. На протяжении второй стадии уплотнение порошка замедляется, сопротивление сжатию растет. Третья стадия начинается с момента достижения предела прочности частиц и их агломератов. Однако авторами подразумевается, что указанные стадии в реальных процессах уплотнения перекрывают друг друга [51, 66].



*Рис. 4.1. Идеализированная кривая уплотнения:  
I – первая стадия; II – вторая стадия; III – третья стадия прессования*

В основном осложнения описания процесса прессования связаны с тем, что свойства сыпучих материалов постоянно изменяются в процессе уплотнения, и поле напряжений может быть получено в принципе только для предельных случаев: в начальной стадии движения или в процессе установившегося движения, когда силы трения порошкового материала о стенки внешней оболочки проявляются в полной мере. При описании процесса необходимо всестороннее рассмотрение и анализ поведения порошкового тела в напряженно-деформированном состоянии на протяжении всего процесса уплотнения, с учетом физических эффектов и важнейших факторов, характеризующих динамику параметров напряженно-деформированного состояния порошкового тела (перепада плотности, упругих модулей, трения и т. п.). Таким образом, исследование сухого прессования порошков целесообразно проводить без разбиения общего процесса на этапы, определяющие эффекты которых в различной степени важности проявляются на всех стадиях реального процесса уплотнения порошкового тела.

## 4.1. Уравнение прессования

При изучении влияния технологических факторов в процессе компактирования порошковых материалов методом одноосного статического прессования в закрытых пресс-формах используются различные уравнения прессования. Эти уравнения, как правило, являются аппроксимацией экспериментально полученных зависимостей какого-либо показателя качества прессовки (обычно это пористость, относительная плотность или прочность) от технологического фактора воздействия на нее (обычно давление прессования). Широко распространены уравнения прессования логарифмического, степенного и экспоненциального вида. Постоянные коэффициенты в этих уравнениях определяют те или иные свойства и состояние уплотняемого порошкового тела, схему и условия прессования и должны нести соответствующий физический смысл. С целью упрощения уравнения авторы обычно сводят количество постоянных коэффициентов к двум–трем. Одни из коэффициентов связаны с определенной физической характеристикой порошкового тела в конкретном его состоянии, а другие отражают меру сопротивления воздействию или подверженности изменению состояния порошкового тела. Последние несут информацию о степени влияния технологических факторов на процесс уплотнения и могут быть использованы для оценки его эффективности.

Большинству уравнений прессования присущи, как правило, определенные схожие недостатки, связанные с невозможностью соблюдения граничных условий, необходимостью экспериментального определения постоянных коэффициентов и трудностями в их физической интерпретации. Затруднения в интерпретации связаны с тем, что в большинстве предложенных уравнений параметры воздействия (давление) и отклика (прочность, плотность, объем, высота) входят в абсолютном виде с размерностью, зависящей от выбранной системы единиц измерений [52, 56, 57, 59–62].

Тем не менее, будучи найденными для конкретного материала, схемы и условий прессования, некоторые из этих уравнений широко и с успехом применяются в практике производства порошковых изделий. Наиболее применимыми считаются уравнение Бережного [57, 58], выведенное им на основе уравнения Покровского [55]; его обобщенная форма, предложенная Кайнарским [63]; логарифмическая форма уравнения Бальшина [52], представляющая собой видоизмененную форму уравнения Бережного.

Далее проанализируем указанные недостатки и возможные пути их устранения применительно к уравнению Бережного в его изначальном виде [57].

$$П = A - B \cdot \lg P, \quad (4.1)$$

где  $П$  – пористость в процентах;  $P$  – давление прессования в кгс/см<sup>2</sup>;  $A, B$  – константы, определяемые свойствами данного порошка.

Прежде всего обращает на себя внимание наличие размерной величины под знаком логарифма. Это вполне допустимо для применения уравнения непосредственно в практике прессования, но не оправдано для использования в аналитических целях. Кроме того, уравнения, содержащие десятичный логарифм, неудобно дифференцировать (возникает дополнительный коэффициент  $\lg(e)$ ).

Постоянные коэффициенты в (4.1) должны нести определенный физический смысл, используя который можно было бы применить к уравнению какое-либо граничное условие. Константа  $A$  определяется, как пористость прессовки при давлении прессования, равном единице. Поэтому величина константы зависит от единиц измерения давления прессования. Поскольку обычно в качестве единиц измерения давления применяются МПа и кгс/см<sup>2</sup>, то приходится интерпретировать физический смысл константы  $A$ , как пористость порошкового тела, полученного при низких значениях давления прессования ( $A = П (P = 1 \text{ МПа})$ , или  $A = П (P = 1 \text{ кгс/см}^2)$ ). Сам А.С. Бережной считал, что значение константы близко к пористости исходного порошка, когда порошковое тело находится под действием только капиллярных сил и давления выше лежащего слоя [58], то есть сил, несравнимых с силами, которые испытывает прессовка при формировании реальных изделий. Таким образом, физический смысл константы  $A$  остается формальным, объективно не связанным ни с каким-либо свойством прессовки, ни с рассматриваемым процессом.

Величина константы  $B$  не зависит от размерности давления, отражает меру уплотняемости порошкового тела и, таким образом, может служить показателем влияния того или иного технологического фактора на процесс прессования. Замечена определенная связь между константами  $A$  и  $B$  [58, 63]. При изменении какого-либо технологического фактора или при переходе от одного материала порошкового тела к другому наблюдается их параллельное увеличение или уменьшение. Величина отношения  $A/B$  характеризует совокупность факторов, затрудняющих уплотнение.

Невозможность соблюдения граничных условий в уравнении прессования Бережного при низких давлениях определяется тем, что любое порошковое тело на любой стадии уплотнения характеризуется равновесным, в той или иной степени связанным состоянием. В этом состоянии в малом диапазоне изменения величин внешнего механического воздействия порошковое тело ведет себя в большей мере, как абсолютно связное (цельное), то есть обладает постоянными упругими свойствами [68]. На начальной стадии прессования под действием небольшой внешней нагрузки, величина которой меньше некоторого уровня, порошковое тело изменяет свои размеры пропорционально возрастающему напряжению с постоянным коэффициентом пропорциональности. Наличие почти горизонтального линейного участка кривой уплотнения при малых давлениях прессования неоднократно описывалось различными авторами [51, 69, 70]. Особенно заметен этот участок на кривых уплотнения трудноуплотняемых, жестких порошков. Таким образом, уравнение вида (4.1) не может описать процесс уплотнения при усилиях прессования, предшествующих величине усилия, необходимого для преодоления описанного состояния. Кроме того, близость величины этого усилия к усилию, при котором давление прессования равно единице, также не позволяет однозначно трактовать физический смысл константы  $A$ .

Невозможность соблюдения граничных условий в области высоких давлений прессования [51] объясняется тем, что эти условия просто не определены ни одним из параметров уравнения Бережного. Поведение его функциональной зависимости в области критических давлений (давление, необходимое для достижения критической плотности [51]) определяется только константой  $B$  (то есть экспериментальными данными, полученными в областях давления, далеких от критических). В практике прессования при производстве спекаемых в дальнейшем изделий в большинстве случаев достижение критического давления и критической плотности не требуется, так как параметры качества конечных изделий (особенно из сильно агломерированных УДП [26]) не всегда коррелируют с величиной плотности прессовок. Более того, для сильно агломерированных или тонкодисперсных порошков часто наблюдается обратная закономерность [71].

Исходя из вышеизложенного, можно заключить, что рассматриваемое уравнение прессования при его дальнейшем использовании для аналитического исследования и описания процессов уплотнения порошков в закрытых пресс-формах и степени влияния дополнительных

технологических факторов на этот процесс требует конкретизации физического смысла коэффициентов и использования безразмерных величин.

Воспользуемся уравнением прессования по Бережному, приняв в качестве искомого параметра плотность прессовки, а в качестве параметра воздействия — давление прессования. Используем натуральный логарифм вместо десятичного и будем оперировать только безразмерными величинами, то есть величинами относительной плотности и относительного давления прессования.

$$\rho = b \cdot \ln P + a, \quad (4.2)$$

где  $\rho$  — относительная плотность в долях единицы (плотность прессовки, отнесенная к теоретической плотности порошкового материала);  $P = P_{\text{пр}}/P_{\text{кр}}$  — относительное давление прессования, величина которого равна отношению давления прессования к давлению, при котором достигается теоретическая плотность (критическое давление).

В этом уравнении физический смысл константы  $a$  определяется, как относительная плотность прессовки при значении  $P = 1$ , то есть при давлении прессования, равном критическому ( $P_{\text{пр}} = P_{\text{кр}}$ ). По определению константа  $a$  равна относительной теоретической плотности компактируемого материала с учетом всех химически и физически входящих в него компонентов:  $a = \rho_{\text{теор}} = 1$ .

В данном случае величина критического давления, при котором достигается теоретическая плотность прессовки, в какой-то мере условна, поскольку является практически недостижимой в традиционной схеме холодного статического прессования большинства порошков керамического состава. Тем не менее эта величина определяется конкретным набором экспериментальных данных при их экстраполяции, а понятие «критическое давление» уже давно закрепилось в соответствующих исследованиях и литературе по компактированию порошковых материалов [17, 50–52, 54, 66]. Величина критического давления, кроме определения одного из граничных условий, может служить и показателем эффективности дополнительных воздействий на условия прессования порошков одинакового состава по сравнению с обычными условиями.

Таким образом, уравнение (4.2) можно записать в упрощенном виде:

$$\rho = b \cdot \ln P + 1 \quad (4.3)$$

или при переходе к пористости

$$\theta = -b \cdot \ln P, \quad (4.4)$$

где  $\theta$  – относительная пористость порошкового тела в долях единицы при величине относительного давления прессования  $P$ .

Как видно, форма последнего уравнения выгодно отличается от формы уравнения вида (4.1) наличием одного, зависящего только от условий компактирования коэффициента и безразмерной величиной под знаком натурального логарифма.

Физический смысл константы  $b$  остается прежним, однако при анализе следует учитывать двойственность физического смысла коэффициента  $b$ . Дифференцирование ур. (4.3) по давлению прессования показывает, что коэффициент  $b$  пропорционально влияет на скорость изменения относительной плотности прессовки с приростом давления прессования и характеризует, таким образом, интенсивность уплотнения порошкового материала во всем диапазоне давлений прессования.

#### 4.2. Оценка перепада плотности по высоте прессовки на основе коэффициентов уравнения прессования

Для оценки перепада относительной плотности по высоте прессовки воспользуемся выражением (4.3) и формулой Г.И. Покровского [55], выражающей потери давления прессования на некотором расстоянии от прессующего пуансона.

$$P_h = P_0 \cdot \exp\left(-2 \cdot \xi \cdot f \cdot \frac{h}{R}\right), \quad (4.5)$$

или

$$\ln\left(\frac{P_0}{P_h}\right) = 2 \cdot \xi \cdot f \cdot \frac{h}{R}, \quad (4.6)$$

где  $P_h$  – осевое давление в порошковом теле на расстоянии  $h$  от прессующего пуансона;  $P_0$  – осевое давление непосредственно у прессующего пуансона;  $\xi$  – коэффициент бокового давления;  $f$  – коэффициент пристенного (внешнего) трения;  $R$  – гидравлический радиус прессовки.

Для перепада плотности по высоте прессовки  $h$  из (4.3) получим:

$$\Delta\rho = \rho_0 - \rho_h = b \cdot (\ln P_0 - \ln P_h) = b \cdot \ln\left(\frac{P_0}{P_h}\right), \quad (4.7)$$

где  $\rho_0$  – относительная плотность прессовки у прессующего пуансона;  $\rho_h$  – относительная плотность прессовки на расстоянии  $h$  от прессующего пуансона.

Тогда с учетом выражения (4.6):

$$\Delta\rho = 2 \cdot b \cdot \xi \cdot f \cdot \frac{h}{R}. \quad (4.8)$$

Для прессовок любой формы без переходов по высоте:

$$\Delta\rho = b \cdot \xi \cdot f \cdot \frac{S_{\sigma}}{S_0}, \quad (4.9)$$

где  $S_{\sigma}$  – площадь боковой поверхности прессовки;  $S_0$  – гидравлическая площадь.

Поскольку

$$\xi \cdot f \cdot \frac{S_{\sigma}}{S_0} = \frac{F_{\text{тр}}}{F_0}, \quad (4.10)$$

то выражение (4.9) можно записать в общем виде:

$$\Delta\rho = b \cdot \frac{F_{\text{тр}}}{F_0}. \quad (4.11)$$

Таким образом, перепад плотности зависит от величины коэффициентов пристенного трения и бокового давления и отношения площади боковой поверхности к гидравлической площади прессовки; то есть определяется мерой уплотняемости порошкового тела  $b$  и отношением величины силы пристенного трения (а фактически величины потерь усилия прессования) к величине усилия прессования ( $F_{\text{тр}}/F_0$ ).

Однако из этого не следует, что процессы внутреннего трения вообще не влияют на распределение напряжений в прессовке. Процессы внешнего трения в порошковых системах связаны с явлением бокового распора, величина которого в значительной степени зависит от внутреннего трения. Кроме того, внутреннее трение может заметно влиять на распределение напряжений в пределах каждого слоя, перпендикулярного направлению прессования.

Выражение (4.11) раскрывает конкретный физический смысл константы  $b$  предложенной формы уравнения прессования (4.3). Эта величина показывает, какой перепад относительной плотности возникнет в прессовке по ее высоте, если усилие прессования полностью расходуется на преодоление силы пристенного трения. Таким образом, коэффициент  $b$  – это максимально возможный для данного порошкового тела

при данных условиях компактирования перепад относительной плотности в долях единицы, возникающий на расстоянии действия усилия прессования. Этот коэффициент отражает способность порошкового материала передавать усилие прессования удаленным от прессующего пуансона слоям порошкового тела.

$$b = \Delta\rho \cdot \frac{F_0}{F_{\text{тр}}}. \quad (4.12)$$

Константа  $a$  равна единице (величине относительной теоретической плотности порошкового материала  $\rho_{\text{теор}}$ ), а отношение  $a/b$  равно отношению величины относительных потерь усилия прессования ( $F_{\text{тр}}/F_0$ ) к величине относительного перепада плотности прессовки ( $\Delta\rho/\rho_{\text{теор}}$ ) и может служить сравнительной характеристикой прессуемости различных порошков.

$$\frac{a}{b} = \frac{F_{\text{тр}}}{F_0} \cdot \frac{\rho_{\text{теор}}}{\Delta\rho}. \quad (4.13)$$

Таким образом, предложенная форма уравнения прессования (4.3) и анализ перепада плотности на его основе позволяет однозначно интерпретировать физический смысл входящих в него постоянных коэффициентов.

### 4.3. Методика построения кривых уплотнения НП

Предложенные форма уравнения прессования с большей степенью достоверности может быть применена для аналитического определения технологических параметров порошкового тела в процессе его компактирования.

Для максимально корректного определения значений коэффициентов уравнения прессования необходима аппроксимация большого набора экспериментальных данных компактирования реальных порошков методом наименьших квадратов. Однако соблюдение одинаковых условий эксперимента и получение большого количества экспериментальных данных прямого измерения плотности различных отпрессованных образцов весьма трудоемко и не обеспечивает требуемой точности. Более эффективно проведение эксперимента по снятию кривой уплотнения порошкового тела, находящегося в полости пресс-формы, в реальном времени с получением максимального количества числовых

данных зависимости «плотность — давление» на одном образце по мере увеличения его плотности с повышением давления прессования с малым шагом. При этом целесообразным представляется учет и рассмотрение основных явлений процесса. Таковыми, очевидно, являются процессы упругого (обратимого) и пластического (необратимого) формоизменения прессовки.

Упругие свойства порошков оказывают влияние на процесс их уплотнения при прессовании. При уплотнении в прессовке накапливаются механические напряжения, которые после снятия давления прессования реализуются в виде эффекта упругого последействия в различных направлениях. Этот фактор еще более существенен для тонкодисперсных порошков вследствие развитой поверхности и большого количества межчастичных контактов. Прямыми измерениями текущей высоты порошкового тела при его одноосном прессовании не удастся выделить вклад его упругого формоизменения.

Для реализации описанных принципов целесообразно использовать метод, подробно описанный в [33], суть его заключается в последовательном уплотнении порошкового тела с периодическими снижениями давления до определенной малой величины и последующим его повышением. При этом в режиме реального времени регистрируются и передаются на персональный компьютер данные о текущих значениях усилия прессования и перемещения прессующего пуансона, которые в дальнейшем пересчитываются в величины давления прессования и плотности прессовки.

Прямые измерения высоты порошкового тела  $H_i$  в процессе уплотнения порошкового материала не обеспечивают одинаковых начальных условий в сериях экспериментов. На начальных стадиях уплотнения погрешность измерения геометрических размеров может быть сравнима со значением изменения высоты  $\Delta H_i$  при заданном шаге изменения давления прессования  $P_i$ . С другой стороны, размеры уже скомпактированных при высоких давлениях прессовок могут быть измерены с достаточной точностью.

Для корректного определения зависимости высоты порошкового тела от текущего давления прессования можно решить обратную задачу — восстановить зависимость  $H_i(P_i)$  от значения высоты уже отпрессованного компакта  $H_k$ , извлеченного из пресс-формы. Для этого достаточно последовательно суммировать экспериментальные значения показаний толщиномера  $h_i$ , фиксирующего смещение прессующего пуансона пресс-формы:

$$H_i = H_{i+1} + \Delta h_i - \Delta h_{iГ}, \quad (4.14)$$

где  $\Delta h_i = h_{i+1} - h_i$ ;  $\Delta h_{iГ}$  — экспериментально определяемая гуковская деформация прессового оборудования и оснастки (пуансонов пресс-формы, поршня и поджимного винта пресса и т. п.) при давлении  $P_i$ .

Первое рассчитываемое значение  $H_i$  определяется, исходя из высоты отпрессованного компакта  $H_k$ :

$$H_i = H_{k-1} = H_k + (h_k - h_{k-1}) - \Delta h_{iГ}. \quad (4.15)$$

Полученные экспериментальные данные могут быть пересчитаны в текущую относительную плотность прессовки, соответствующую текущему относительному давлению прессования. Кривая уплотнения порошкового тела в пресс-форме в напряженном состоянии показывает изменение его текущей плотности, и так как любое тело обладает упругими свойствами, не может служить для определения плотности прессовки после ее извлечения из пресс-формы.

Для нахождения кривой уплотнения, которая определяла бы плотность изделия, отпрессованного при заданном давлении и извлеченного из пресс-формы, необходимо знать упругие свойства прессовки на различных стадиях прессования. Для этого при снятии первичной кривой уплотнения по достижении заранее выбранных уровней давления производится его снижение до определенной малой величины и последующее его повышение с регистрацией текущей высоты прессовки.

Последовательность операций этой процедуры рассмотрим на примере уплотнения реального ультрадисперсного порошка диоксида циркония.

Навеска исследуемого порошкового материала загружается в пресс-форму, которая устанавливается в пресс и фиксируется предварительным поджимом при минимально возможной нагрузке  $P_0 \approx 0$  (точка +0, рис. 4.2). Щуп толщиномера устанавливается на поршне гидравлического пресса, база толщиномера жестко крепится на станине пресса. Перед началом прессования показания толщиномера устанавливаются на значение «0»; на персональном компьютере запускается программа приема и записи данных.

В процессе повышения давления прессования  $P$  от 0 до 25 МПа (точка 1, рис. 4.2) с шагом  $\Delta P$  при значениях  $P_i$  фиксируются показания толщиномера  $h_i$ , соответствующие величине смещения пуансона до достижения этих давлений.

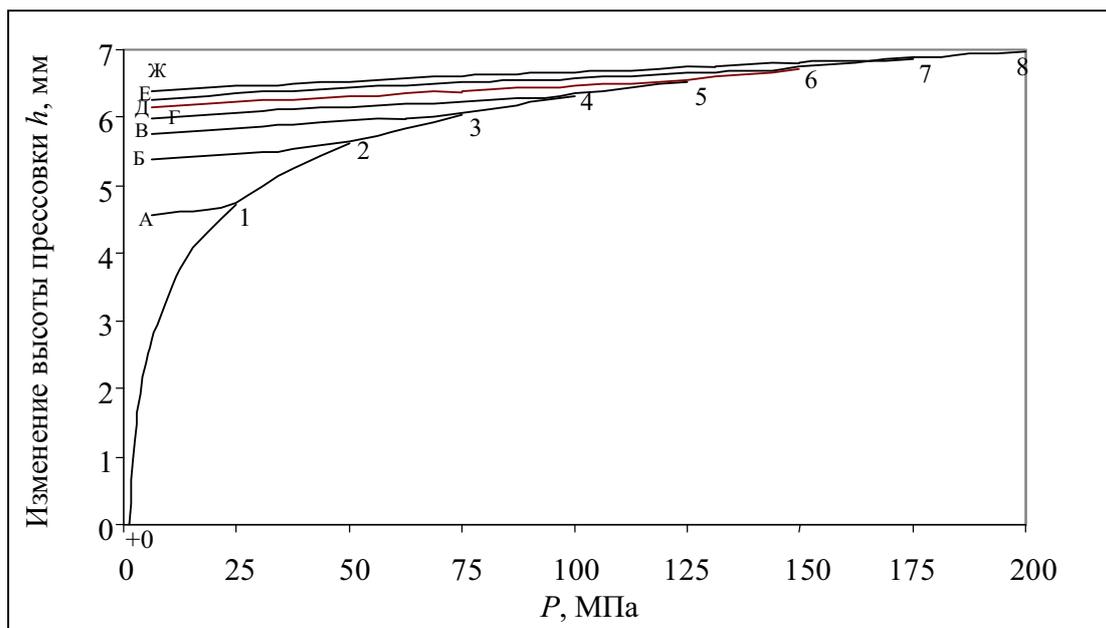


Рис. 4.2. Кривая уплотнения порошкового тела с циклическими разгрузками

Затем давление прессования сбрасывается до некоторого минимального значения  $P_{\min}$  и определяется значение  $h_A$ , которое фиксирует состояние порошкового тела с релаксированными напряжениями при разгрузке прессовки от уровня давления 25 до 5 МПа (точка А, рис. 4.2).

Экстраполируя отрезок 1А на ось ординат, получим величину  $h_{1A}$ , соответствующую значению уплотнения порошкового тела без вклада его упругого (обратимого) формоизменения на достигнутом уровне давления прессования (25 МПа, рис. 4.2).

После этого давление прессования повышается с прежним шагом  $\Delta P$  до следующего значения (участок А-2, рис. 4.2) и определяются значения  $h_i$  до значения  $h_2$ . Вновь, сбрасывая нагрузку, в точке Б определяется показание толщиномера  $h_B$ , соответствующее состоянию с релаксированными напряжениями прессовки при разгрузке до  $P_{\min}$ . Аналогичной экстраполяцией на ось ординат определим величину  $h_{2B}$ , соответствующую необратимому уплотнению на следующем уровне давления прессования (50 МПа, рис. 4.2).

Подобным образом строятся участки Б-3 (нагружение от 5 до 75 МПа), В-4 (от 5 до 100 МПа), Г-5 (от 5 до 125 МПа), Д-6 (от 5 до 150 МПа), Е-7 (от 5 до 175 МПа), Ж-8 (нагружение от 5 до 200 МПа), определяются соответствующие значения необратимого уплотнения: от  $h_{3B}$  (уплотнение при давлении прессования 75 МПа) до  $h_{7Ж}$  (уплотнение при 200 МПа). В точке 8 показание  $h_8$  соответствует значению  $h_k$  для уравнения (4.15).

Кривая +012345678 (рис. 4.2) отражает ход пуансона  $h_i(P_i)$ , соответствующий уменьшению толщины прессовки при прессовании исследуемого порошкового материала. Выделить упругий вклад при прессовании порошка  $h_{el}(P_i)$  возможно, если из ординат точек 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 вычесть соответствующие ординаты точек пересечения экстраполированных прямых 1А, 2Б, 3В, 4Г, 5Д, 6Е и 7Ж с осью высот. Указанные точки пересечения характеризуют необратимое уплотнение, достигнутое при соответствующем давлении прессования ( $P_1, P_2, P_3, P_4, P_5, P_6, P_7$ ):

$$h_{el}(P_i) = h_i(P_i) - h_{pl}(P_i). \quad (4.16)$$

Здесь  $h_{pl}(P_i)$  – точки пересечения с осью ординат экстраполированных прямых 1А, 2Б, 3В, 4Г, 5Д, 6Е и 7Ж, полученных при снижении давления прессования от значения  $P_i$ . Эти значения соответствуют необратимому уплотнению порошкового тела.

Таким образом, параллельно основной кривой уплотнения может быть получена кривая обратимого упругого изменения размеров прессовки, имеющей сформированную при определенном давлении структуру и упругие свойства (рис. 4.3).

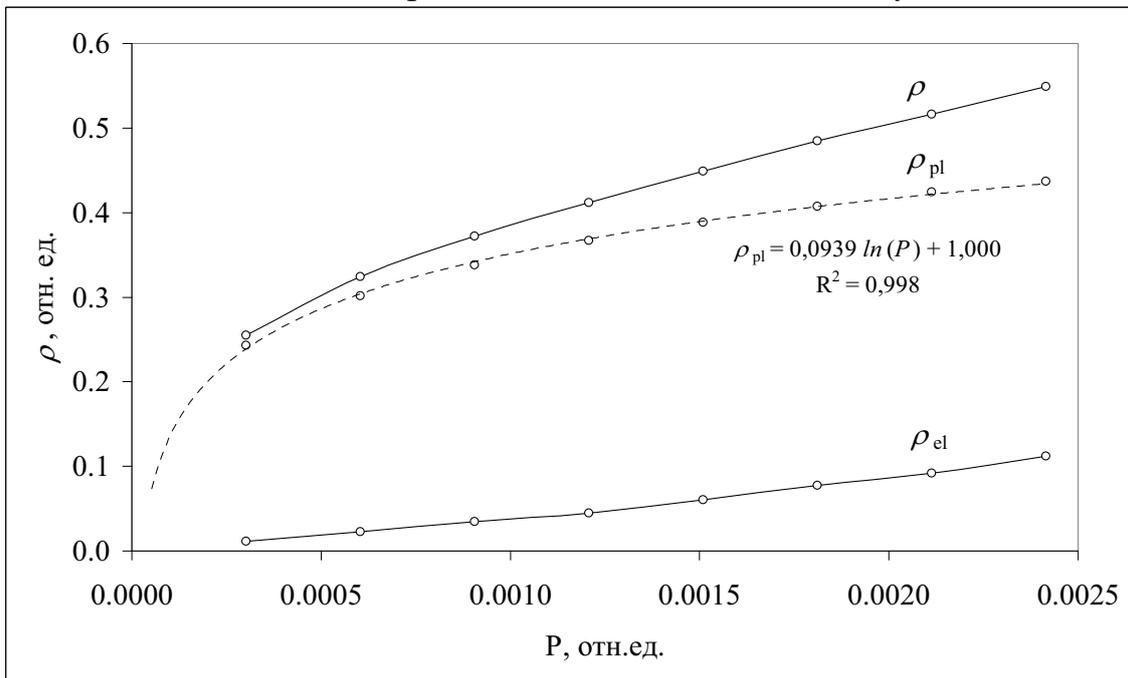


Рис. 4.3. Кривые обратимого  $\rho_{el}$ , необратимого  $\rho_{pl}$  и суммарного  $\rho$  уплотнения при прессовании НП диоксида циркония: на диаграмме показаны уравнение аппроксимации и коэффициент достоверности аппроксимации  $R^2$  для зависимости  $\rho_{pl} = f(P)$

По определению кривая уплотнения отражает зависимость плотности порошкового тела от давления прессования  $\rho_i(P_i)$ . Для ее построения по экспериментальным данным  $h_i(P_i)$  определяются значения абсолютной плотности порошкового тела  $\rho_{nm i}$ :

$$\rho_{nm i} = \frac{m_{nm}}{V_{i nm}}, \quad (4.17)$$

где  $m_{nm}$  – масса порошкового тела;  $V_{i nm}$  – его текущий объем.

Значения  $V_{i nm}$  рассчитываются по найденным значениям текущей высоты прессовки  $H_i$  и ее гидравлической площади  $S_0$ , величина которой остается постоянной.

Согласно выведенной форме безразмерного логарифмического уравнения прессования (4.3) и с учетом того, что относительная плотность равна отношению абсолютной плотности к теоретической, а  $P_i$  является величиной отношения давления прессования к критическому давлению, из (4.17) получим текущие значения относительной плотности  $\rho_i$ , соответствующие значениям относительного давления  $P_i$ .

По описанной методике исходя из полученной экспериментальной кривой  $h_i(P_i)$ , с помощью представленных уравнений, строится соответствующая кривая уплотнения  $\rho_i(P_i)$ .

По значениям  $h_{pl}(P_i)$  с использованием тех же уравнений рассчитывается кривая необратимого уплотнения порошка  $\rho_{pl}(P_i)$ .

Вклад упругого формоизменения в процессе уплотнения порошкового тела выделим прямым вычитанием:

$$\rho_{el}(P_i) = \rho(P_i) - \rho_{pl}(P_i). \quad (4.18)$$

Таким образом, кривая необратимого уплотнения строится, исходя из условия:

$$\rho_{pl}(P) = \rho(P) - \rho_{el}(P). \quad (4.19)$$

Описанная методика пригодна для оперативного получения кривых уплотнения на одном образце и анализа характеристик уплотнения по зависимостям коэффициентов ур. (4.3) от технологических режимов прессования порошков.

## Глава 5 КОЛЛЕКТОРНЫЙ СПОСОБ ПРЕССОВАНИЯ

### 5.1. Конструктивное решение

На основе выводов предыдущих глав перечислим и проанализируем те недостатки существующих технологий формования в закрытых жестких пресс-формах, которые могут быть устранены конструктивными решениями.

Наличие на элементах пресс-формы замкнутых пассивных формообразующих поверхностей (рис. 5.1, *a*, элемент 2, поверхность *n*), прямой доступ к которым затруднен и к качеству которых предъявляются повышенные требования, усложняет их обработку в процессе изготовления (упрочнение, полировка), обслуживание в процессе эксплуатации пресс-форм (контроль состояния, очистка, смазывание).

При изготовлении по указанной схеме длинномерных изделий из пластичных порошков, склонных к запрессовке воздуха, или из порошков с большим содержанием жидкости или технологической связки, удаление их из замкнутого объема полости матрицы в процессе прессования затруднено.

Наличие отдельно движущегося формообразующего элемента (рис. 5.1, *a*, элемент 1), несущего на себе только активную (способную участвовать в передаче усилия прессования порошковому телу, поверхность *a*) формообразующую поверхность ограничивает его принимающее нагрузку сечение величиной его гидравлической площади (площадь проекции активной формообразующей поверхности *a* на перпендикулярную оси прессования плоскость). Поэтому невозможно прессование изделий давлением, превышающим значение соответствующего предела прочности для материала пресс-формы [17].

Также способ одноосного прессования мало перспективен для производства нанокристаллических материалов современной техники. При прессовании порошковых материалов классическим способом прессовка испытывает низкоинтенсивную одноосную деформацию

сжатия и не может обеспечить требуемые для получения наноматериалов режимы сдвиговой деформации.

Указанные недостатки можно исключить, реализовав способ прессования в закрытой пресс-форме при котором:

- части формообразующих поверхностей (рис. 5.1, б, поверхности *n* и *a*), составляющие общую пассивную формообразующую поверхность, в процессе прессования передвигаются относительно прессовки в противоположных направлениях;
- количество формообразующих элементов пресс-формы (рис. 5.1, б, элементы 1 и 2) будет минимально необходимым для несилового извлечения изделия из пресс-формы, когда оно высвобождается одновременно в нескольких направлениях и не испытывает при этом разрушающего действия трения о формообразующие поверхности;
- формообразующие элементы пресс-формы (рис. 5.1, б, элементы 1 и 2) не содержат замкнутых труднодоступных формообразующих поверхностей;
- величина перпендикулярного направлению прессования минимального сечения самостоятельных формообразующих элементов пресс-формы, испытывающих механическое нагружение, может быть выбрана независимо от их гидравлической площади (рис. 5.1, б, элементы 1 и 2).

Для выполнения перечисленных условий (рис. 5.1, б, в) достаточно часть разделенной вдоль оси прессования единой пассивной формообразующей поверхности *n* в процессе уплотнения объединить с частью активной формообразующей поверхности *a* пресс-формы в одном ее сплошном или составном формообразующем элементе 1, а оставшиеся части общей формообразующей поверхности объединить в другом формообразующем элементе пресс-формы 2. Уплотнение порошкового тела осуществляется взаимным встречным перемещением этих элементов.

На схемах уплотнения порошков по способам (рис. 5.2) жирными линиями обозначены места подвижного в процессе уплотнения сочленения разнонаправленных частей общей формообразующей поверхности.

На схеме статического одноосного одностороннего прессования цилиндрического порошкового тела (рис. 5.2, а) видно, что в области порошкового тела, прилегающей к линии подвижного сочленения активной формообразующей поверхности  $\delta$  прессующего элемента (пуансона 2) и внутренней поверхности 5 (матрицы 1) по контуру окружности  $[A', B', C', D']$  величина перемещения порошка относительно пассивной формообразующей поверхности 5, силы пристенного трения и

степень уплотнения имеют наибольшие значения. Напротив, в местах неподвижного сочленения нижнего пуансона и внутренней поверхности матрицы (по контуру окружности  $[A, B, C, D]$ ) перемещение и силы пристенного трения близки к нулю и, соответственно, степень уплотнения порошка минимальна [54].

На половине расстояния между подвижной и неподвижной активными формообразующими поверхностями (по контуру  $[a, b, c, d]$ ) указанные величины имеют средние значения. При этом величина средней плотности в этих точках является средней плотностью по всему объему прессовки [51, 54]. В этой схеме распределение плотности порошкового тела по его высоте зависит от соотношения высоты и диаметра прессовки, и может быть равномерным только в случае достижения стопроцентного уплотнения.

Из теории прессования порошковых материалов в закрытых пресс-формах известно [51], что за счет пристенного трения перепады плотности  $\Delta\rho$  по высоте прессовки в ее центральной части (рис. 5.2, *а, б*), вдоль оси  $[EeE']$  всегда меньше, чем у стенок (вдоль линии  $[AaA']$ ), а величина средней плотности  $\langle\rho\rangle$  вдоль любой ее вертикали одинакова в любой момент прессования:

$$\Delta\rho_{[AaA']} \geq \Delta\rho_{[EeE']}, \quad (5.1)$$

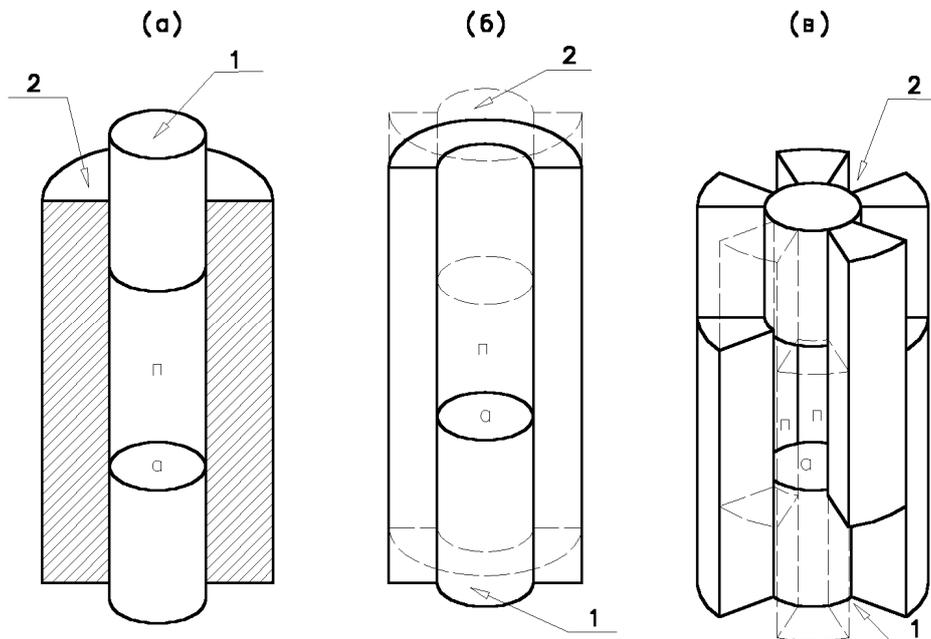
$$\langle\rho\rangle_{[AaA']} = \langle\rho\rangle_{[EeE']} = \langle\rho\rangle_{[CcC']}. \quad (5.2)$$

В схеме прессования цилиндрического порошкового изделия, реализующей способ коллекторного прессования (рис. 5.2, *б*), в области порошкового тела прилегающей к линии подвижного сочленения встречно движущихся частей пассивной формообразующей поверхности ( $[A'A]$  и  $[C'C]$ ), слева (по схеме) от этой линии в области точек  $A$  и  $C$  вертикальное перемещение порошка относительно пассивной формообразующей поверхности и силы пристенного трения близки к нулю, а справа (по схеме) от этих точек указанные величины максимальны.

В окрестностях точек  $A'$  и  $C'$  картина меняется на обратную: слева (по схеме) от этих точек указанные величины максимальны, а справа — минимальны.

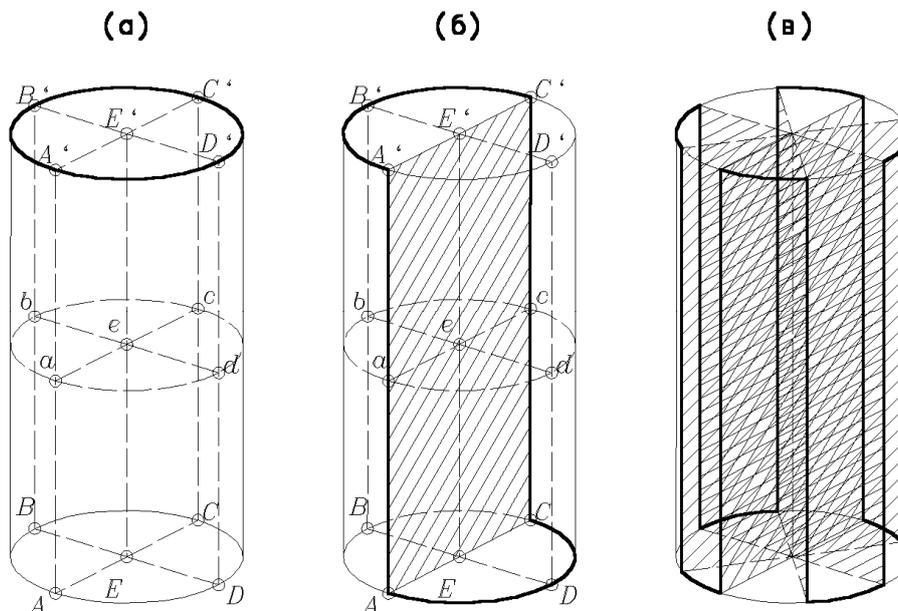
Таким образом, в любых точках порошкового тела, прилегающих к рассматриваемым линиям ( $[A'A]$  и  $[C'C]$ ), величины смещения, сил пристенного трения (с учетом знака) и степени уплотнения будут равны среднему значению между соответствующими величинами по разные стороны от линий сопряжения. Следовательно, степень уплотнения порошка в области, расположенной вдоль линии сопряжения частей пассивной формообразующей поверхности ( $[A'A]$  и  $[C'C]$ ), будет одинакова. В соответствии с соотношениями (5.1) и (5.2), в любой точке пло-

скости сечения порошкового тела (заштрихованная область  $[A'ACC']$ ), проходящей через симметричные центральной оси прессования линии сопряжения частей пассивной формообразующей поверхности  $[A'A]$  и  $[C'C]$  степень уплотнения, а следовательно и плотность порошкового тела будет одинакова и равна среднему по объему прессовки значению.



*Рис. 5.1. Способы прессования порошковых материалов в закрытых пресс-формах:*

*а – одноосное одностороннее прессование; б, в – предлагаемый способ*



*Рис. 5.2. Схемы уплотнения цилиндрического порошкового тела способом статического одноосного одностороннего прессования (а) и предлагаемым способом (б) и (в)*

В плоскостях сечений, равноудаленных от областей сопряжения частей пассивной формообразующей поверхности (рис. 5.2, б, плоскость  $[BB'D'D]$ ), распределение плотности должно подчиняться классическим представлениям с инверсией параметров в области оси симметрии прессовки  $[E'E]$ , вдоль которой плотность порошкового тела постоянна. То есть в местах противохода активной и части пассивной формообразующих поверхностей (точки  $B'$  и  $D$ ) будет происходить интенсивное уплотнение порошка, а в местах их неподвижного объединения (точки  $B$  и  $D'$ ) степень уплотнения будет минимальной.

## 5.2. Аналитическое описание

Рассмотрим соотношение сил, действующих в элементарном слое высотой  $dh$  порошкового тела, противоположные боковые поверхности которого формируются встречно движущимися частями разделенной вдоль оси прессования единой пассивной формообразующей поверхности пресс-формы (рис. 5.3). Примем следующие допущения: величины гидравлической площади прессовки  $S_0$  и общего гидравлического периметра  $\Pi$  (равного сумме встречно движущихся частей этого периметра  $\Pi'$  и  $\Pi''$ ), коэффициентов пристенного трения  $f'$  и  $f''$  и бокового давления  $\xi$ , постоянны по высоте; моментом пары сил  $F'_{тр}$  и  $F''_{тр}$  можно пренебречь; изменение давления, обусловленное массопереносом порошка в направлении, перпендикулярном оси прессования, отсутствует.

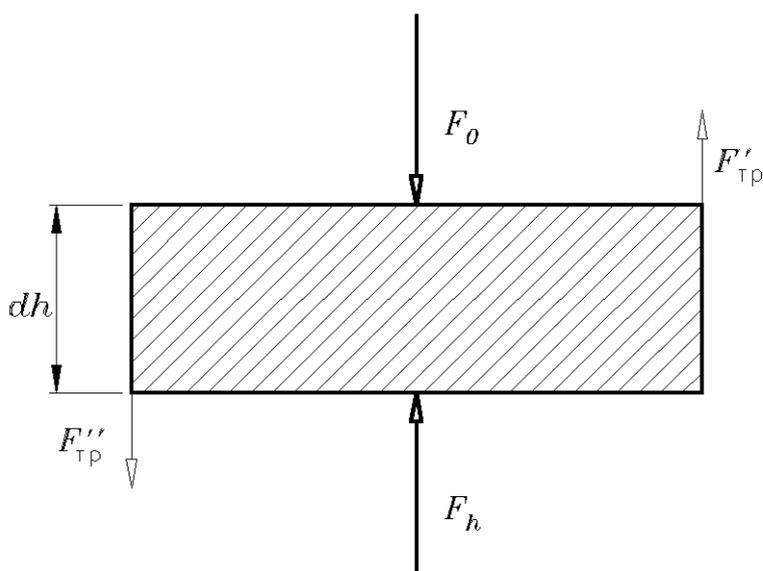


Рис. 5.3. Распределение сил, действующих в малом слое прессовки толщиной  $dh$

Сила, действующая на верхнее основание слоя

$$F_0 = P \cdot S_0. \quad (5.3)$$

Реакция силы, действующая на нижнее основание слоя

$$F_h = (P - dP) \cdot S_0, \quad (5.4)$$

где  $dP$  – потери давления прессования на высоте  $dh$ .

Сила пристенного трения, развитая на части пассивной формообразующей поверхности, движущейся совместно с верхней активной формообразующей поверхностью.

$$F'_{\text{тр}} = F_{\text{бок}} \cdot f' = P \cdot \xi \cdot S'_{\text{бок}} \cdot f' = P \cdot \xi \cdot f' \cdot \Pi' \cdot dh, \quad (5.5)$$

где  $F_{\text{бок}}$  – сила бокового распора;  $S'_{\text{бок}}$  – площадь соответствующей части пассивной формообразующей поверхности;  $\Pi'$  – часть общего гидравлического периметра, относящаяся к части пассивной формообразующей поверхности площадью  $S'$ ;  $f'$  – коэффициент пристенного трения действующего на поверхности  $S'$ .

Сила пристенного трения, развитая на части пассивной формообразующей поверхности, движущейся совместно с нижней активной формообразующей поверхностью

$$F''_{\text{тр}} = F_{\text{бок}} \cdot f'' = P \cdot \xi \cdot S''_{\text{бок}} \cdot f'' = P \cdot \xi \cdot f'' \cdot \Pi'' \cdot dh. \quad (5.6)$$

В состоянии статического равновесия сил

$$F_0 = F_h + F'_{\text{тр}} - F''_{\text{тр}},$$

$$P \cdot S_0 = (P - dP) \cdot S_0 + P \cdot \xi \cdot f' \cdot \Pi' \cdot dh - P \cdot \xi \cdot f'' \cdot \Pi'' \cdot dh. \quad (5.7)$$

Интегрируя, получим:

$$\ln \left( \frac{P_h}{P_0} \right) = -(\Pi' \cdot f' - \Pi'' \cdot f'') \cdot \xi \cdot \frac{h}{S_0}. \quad (5.8)$$

Величина перепада плотности прессовки по ее высоте:

$$\Delta \rho = b \cdot (\Pi' \cdot f' - \Pi'' \cdot f'') \cdot \xi \cdot \frac{h}{S_0}. \quad (5.9)$$

Или переходя от периметров к площадям разнонаправленных частей пассивной формообразующей поверхности:

$$\Delta \rho = b \cdot \xi \cdot \frac{(S' \cdot f' - S'' \cdot f'')}{S_0}. \quad (5.10)$$

Из полученных уравнений видно, что распределение вертикальных давлений и средней в горизонтальном сечении плотности по высоте прессовки с учетом сделанных допущений, кроме коэффициента бокового давления и геометрических параметров прессовки, зависит от соотношения величин сил трения, действующих на разнонаправленных частях пассивной формообразующей поверхности. Перепад величины давления прессования по высоте прессовки отсутствует при равенстве встречно движущихся частей общего гидравлического периметра ( $P' = P''$ ) и при одинаковых условиях пристенного трения на этих поверхностях ( $f' = f''$ ). При несоблюдении этих условий, когда соотношение ( $P'/P''$ ) не равно единице (в дальнейшем будет показано, что для прессовок сложной формы не всегда удастся разделить общую пассивную формообразующую поверхность на равные части, движущиеся в различных направлениях), остается возможность пропорционально изменить величину отношения ( $f''/f'$ ) технологическими приемами или внешним воздействием так, чтобы произведения соответствующих площадей и коэффициентов пристенного трения были равны.

Оценим правомерность допущений, сделанных нами при выводе этого уравнения. Ранее отмечалось, что большинство изделий, изготавливаемых способом прессования в закрытых пресс-формах, имеют правильную геометрическую форму без изменений поперечных размеров вдоль оси прессования. При уплотнении изделий с переходами по высоте необходимо выбрать направление прессования, удовлетворяющее перечисленным требованиям в наибольшей степени.

В реальных порошковых телах при их уплотнении в закрытых жестких пресс-формах коэффициенты пристенного трения и бокового давления изменяются по высоте прессовки [51]. Однако многочисленными экспериментальными данными было показано постоянство произведения этих величин для одного и того же материала, уплотняемого в одинаковых условиях при любом давлении прессования [51]. Кроме того, в коллекторном способе прессования изменения этих величин вдоль оси прессования взаимно компенсируются, поскольку изменяются одинаково, а влияют на разнонаправленные силы.

Момент пары разнонаправленных сил пристенного трения при уплотнении реального порошкового материала приводит к искривлению слоев одинаковой плотности в объеме прессовки, но поскольку величина этого искривления в областях прессовки, прилегающих к разнонаправленным частям пассивной формообразующей поверхности, будет одинакова, а направление изгиба слоев различно, то для коллек-

торного способа можно говорить о равномерности вдоль оси прессования величины средней в поперечном сечении плотности.

Кроме того, наличие момента пары разнонаправленных сил приводит к повышению степени пластической деформации порошкового материала с преобладанием сдвиговой составляющей, что может способствовать формированию мелкозернистой (нанокристаллической) структуры при производстве конструкционных и функциональных порошковых изделий современной техники [38].

В областях прессовки, прилегающей к линии сопряжения встречно движущихся частей пассивной формообразующей поверхности, будет происходить массоперенос порошка в перпендикулярном оси прессования направлении из-за наличия градиента плотности по обе стороны от этой линии. Массоперенос порошка в объеме прессовки приведет к изменению характера распределения плотности порошкового тела. Однако при наличии большого числа движущихся в различных направлениях относительно уплотняемого тела частей пассивной формообразующей поверхности (рис. 5.1, в, 5.2, в), области повышенной и пониженной плотности будут находиться рядом, переходя друг в друга через области вертикальных сечений со средней плотностью (заштрихованные области). Чем ближе будут расположены области с различным характером уплотнения (чем чаще они будут чередоваться), тем легче будет происходить массоперенос между этими областями и тем более интенсивной будет сдвиговая составляющая деформации порошкового материала. Кроме того, перераспределение уплотняемого материала будет сопровождать весь процесс прессования, способствуя выравниванию плотности по всему объему, так как приведенный характер ее распределения будет проявляться в прессовке с момента приложения минимальной нагрузки, когда порошок находится в состоянии насыпной плотности и его перераспределение еще не ограничено прочными межчастичными связями, а силы межчастичного трения минимальны.

Поскольку в плоскости любого сечения порошкового тела перпендикулярного направлению прессования в случае уплотнения по коллекторному способу области пониженной и повышенной плотности чередуются через области со средней по объему прессовки плотностью, то средняя по этим сечениям плотность одинакова на любой высоте прессовки. Возникновение вдоль линий сопряжения частей разделенной вдоль оси прессования единой пассивной формообразующей поверхности разнонаправленных, но одинаковых по суммарной величине сил пристенного трения, в процессе прессования приводит к выравни-

ванию плотности по всему объему прессовки. Таким образом, в коллекторном способе реализуется автовыравнивание распределения плотности порошкового тела по его объему разнонаправленными силами пристенного трения на протяжении всего процесса прессования изделия из порошкового материала.

### **5.3. Техническая реализация коллекторного способа прессования (коллекторные пресс-формы)**

На основе изложенных принципов конструирования пресс-форм для прессования порошковых материалов по коллекторному способу можно реализовать его для производства порошковых изделий различной геометрической формы (рис. 5.4–5.14).

Для наглядного представления конструкций обозначения на всех рисунках одинаковые.

- *1* – первый формообразующий элемент пресс-формы;
- *2* – второй формообразующий элемент пресс-формы;
- *n1, c1* – составные части первого элемента пресс-формы;
- *n2, c2* – составные части второго элемента пресс-формы;
- *к* – центральный закладной элемент;
- *3* – часть пассивной формообразующей поверхности первого элемента пресс-формы;
- *4* – часть пассивной формообразующей поверхности второго элемента пресс-формы;
- *5* – часть активной формообразующей поверхности первого элемента пресс-формы;
- *6* – часть активной формообразующей поверхности второго элемента пресс-формы;
- *7* – конструктивный элемент, удерживающий элементы *1* и *2* от не осевых перемещений;
- *8* – технологическая проточка на элементе пресс-формы для облегчения загрузки порошка;
- *в* – закладные формообразующие элементы пресс-формы, осуществляющие дополнительное уплотнение в другом направлении;
- *т* – толкатели дополнительных элементов *в*;
- *и* – изделие, получаемое в пресс-форме;
- *P* – направление движения формообразующих элементов пресс-формы в процессе прессования.

Штриховкой обозначены плоскости разрезов элементов пресс-формы, изображенных для наглядности действия устройств реализации коллекторного способа. С этой же целью некоторые составные части формообразующих элементов и сами закладные элементы не изображены, изображены со смещением вдоль оси прессования в положении, предназначенном для загрузки порошка, или обозначены пунктирными линиями.

Устройства (пресс-формы), реализующие коллекторный способ, состоят из двух встречно движущихся в процессе прессования сплошных или составных формообразующих элементов *1*, *2*, поверхность каждого из которых содержит часть пассивной *3*, *4* и часть активной *5*, *6* формообразующей поверхности. Уплотнение порошка осуществляется путем их взаимного встречного перемещения при скольжении друг по другу вдоль оси прессования.

Каждая из частей пассивной формообразующей поверхности, принадлежащих одному элементу пресс-формы, участвует в перераспределении порошка из областей его скопления (в местах подвижного сопряжения с активной формообразующей поверхностью другого элемента) в области пониженной плотности (в местах сопряжения пассивной и активной формообразующих поверхностей, принадлежащих одному элементу). По аналогии процессов собирания и перераспределения объекта воздействия (и из-за некоторого внешнего сходства (рис. 5.5, 5.12, 5.13)) формообразующие элементы пресс-форм, реализующих предлагаемый способ, можно назвать коллекторами, способ уплотнения – коллекторным прессованием, а сами устройства реализации способа – коллекторными пресс-формами. Для облегчения загрузки порошка, удаления запрессованного воздуха или жидкости через зазоры сопряжения, а также для облегчения изготовления, сборки и обслуживания пресс-формы, коллекторы *1* и *2* в свою очередь можно разделить (условно или физически) без потери функциональных свойств пресс-формы на конструктивно самостоятельные части двух типов: плунжеры *с1*, *с2*, несущие на себе часть общей активной формообразующей поверхности, и ползуны *п1*, *п2*, несущие на себе части общей пассивной формообразующей поверхности.

В процессе формования коллекторы *1* и *2* пресс-форм удерживаются от неосевых взаимных перемещений дополнительным конструктивным элементом *7* или иным технологическим приемом. С этой целью допустимо использование внешней ограничивающей обоймы (рис. 5.4–5.7, 5.10, 5.12–5.14), шлицевого или байонетного зацепления

элементов друг с другом (рис. 5.11, 5.14), шарнира общей оси взаимного вращения (рис. 5.8–5.11) или всестороннего давления среды на помещенную в оболочку пару коллекторов в гидро(газо)стате. Функцию удержания от не осевых перемещений может выполнять один из коллекторов (рис. 5.8, 5.10, 5.11). На коллекторах могут располагаться технологические проточки  $\delta$  для загрузки порошка перед прессованием.

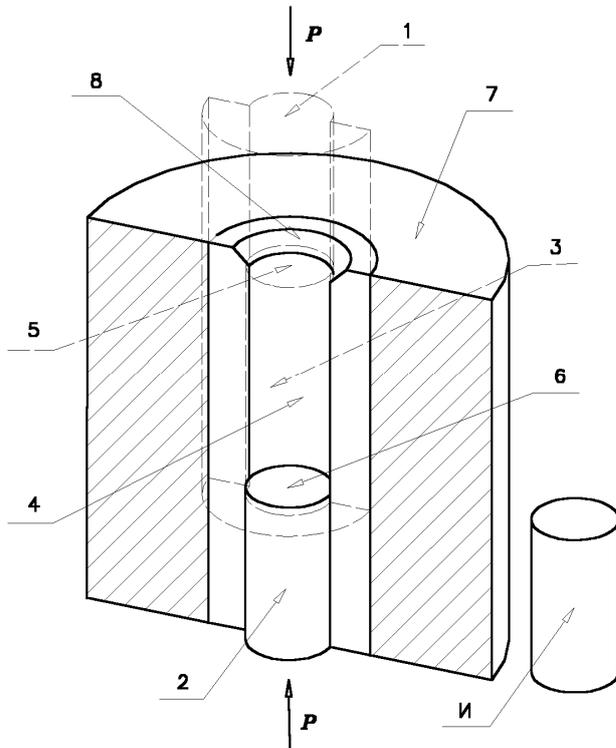
Для увеличения равноплотности прессовок по всему объему (рис. 5.5, 5.12, 5.13), а также для решения конкретной технологической задачи (для формования выступов, рис. 5.12, 5.13) количество чередующихся встречно движущихся ползунов ( $n1$ ,  $n2$ ) может быть увеличено.

Реализация предлагаемого способа возможна в схеме двухосного прессования (рис. 5.7) дополнительными закладными коллекторного типа  $\nu$  в основных формообразующих элементах  $1$ ,  $2$ , причем, как по отдельной схеме (сначала ведется прессование в направлении одной оси посредством встречного движения коллекторов  $1$  и  $2$ , а затем по другой оси посредством передачи усилия закладным коллекторного типа (в поперечными толкателями  $m$ ), так и с одновременным уплотнением в двух непараллельных направлениях.

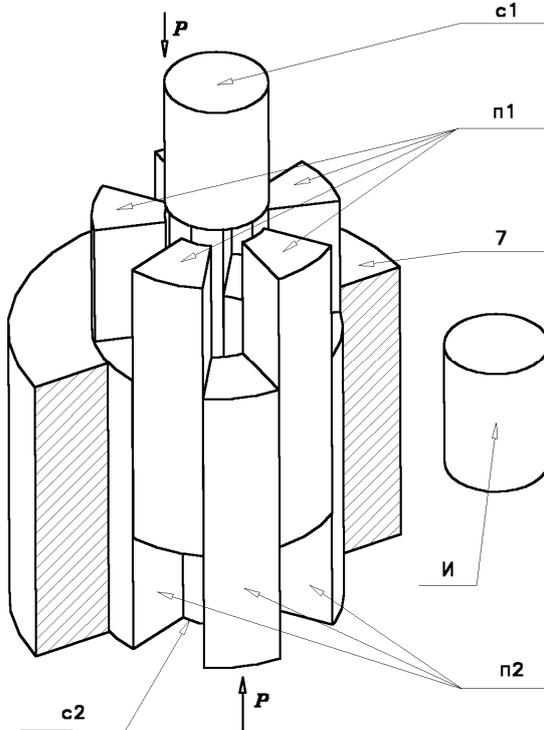
Схему удержания элементов внешним усилием прижима можно реализовать, поместив загруженную порошком и защищенную тонкой деформируемой оболочкой формообразующую пару коллекторов в гидро(газо)стат. Уплотнение происходит за счет плавного или импульсного повышения давления в среде гидро- и газостата, так как уменьшение общего объема коллекторов в оболочке возможно только при их встречном осевом перемещении. При снятии давления за счет сил упругого последействия произойдет одновременное всестороннее освобождение изделия. Для сбора вытесняемого при уплотнении порошка воздуха элементы, кроме формообразующей полости, могут составлять дополнительные полости неизменного объема. Для активного сбора вытесняемого воздуха дополнительная полость может увеличиваться в объеме в процессе уплотнения порошка.

Предлагаемый способ позволяет производить формование изделий сложной конфигурации вдоль оси прессования не являющейся прямой линией. В конструкциях пресс-форм для формования изделия в виде сегмента кольца прямоугольного сечения (рис. 5.8 и 5.9) уплотнение порошка происходит между двумя шарнирно связанными коллекторами-платформами (формообразующий элемент  $1$  и формообразующий элемент  $2$ ), совершающими встречное движение вдоль дуги окружности.

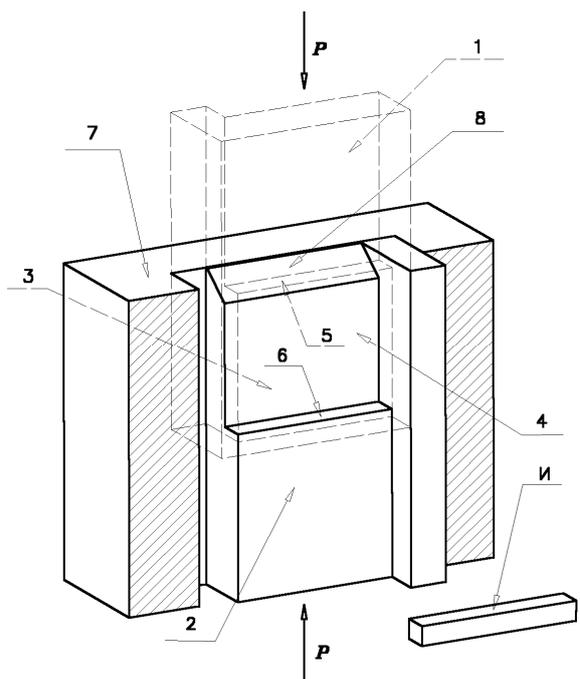
В конструкции пресс-формы для формования изделий в виде сегмента полого тела вращения (рис. 5.10) прессование осуществляется вдоль дуги окружности поворотом формообразующего элемента 1 в формообразующем элементе 2, который одновременно выполняет функцию удержания элемента 1 от неосевых перемещений.



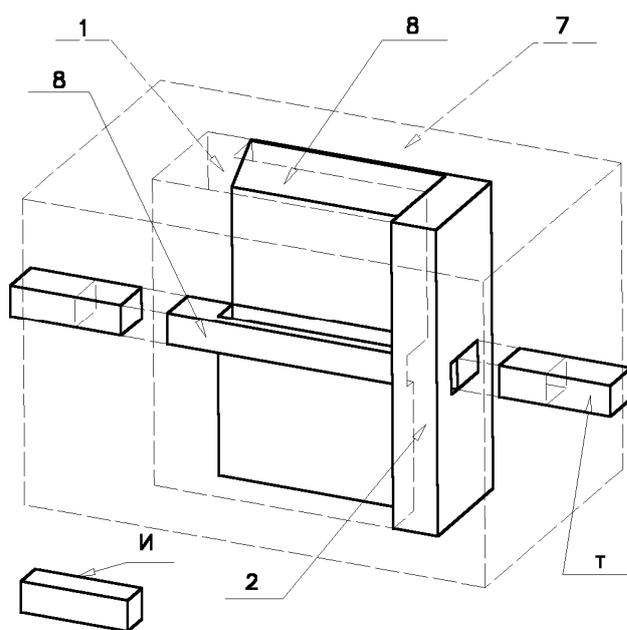
*Рис. 5.4. Пресс-форма для формования цилиндрической прессовки с двумя встречно-движущимися частями пассивной формообразующей поверхности*



*Рис. 5.5. Пресс-форма для формования цилиндрической прессовки с десятью чередующимися, встречно-движущимися частями пассивной формообразующей поверхности*

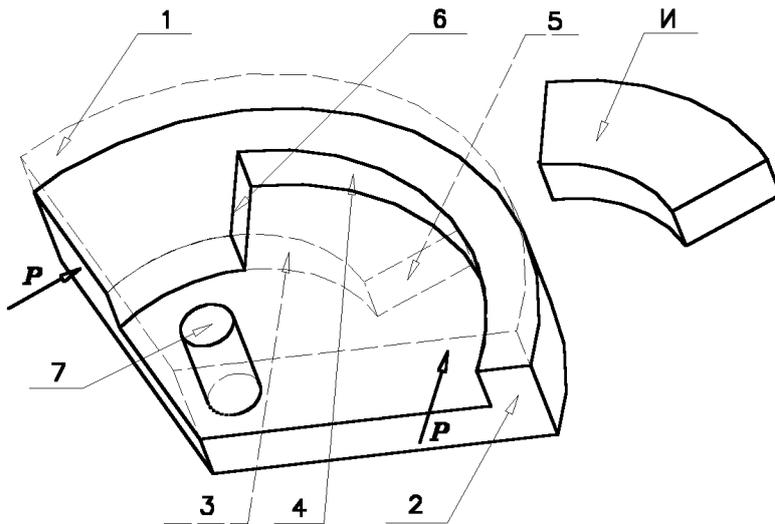


*Рис. 5.6. Пресс-форма для одноосного формования изделия в виде прямоугольного бруска*

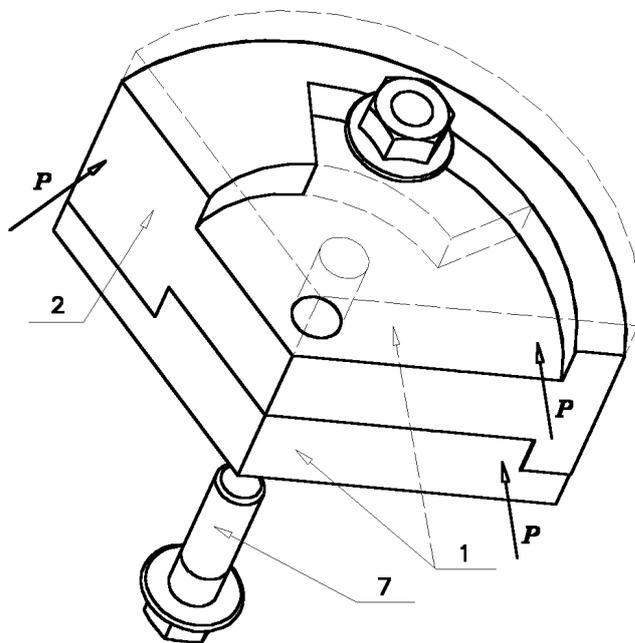


*Рис. 5.7. Пресс-форма для двухосного формования изделия в виде прямоугольного бруска*

Уплотнение порошковых изделий вдоль спиральной линии с постоянным шагом (рис. 5.11) осуществляется путем вращения коллектора *1* внутри коллектора *2* (изображена только одна его составная часть *n2*). В процессе прессования элементы *1* и *2* удерживают друг друга от неосевых перемещений. Составные части (плунжеры) *c1* и *c2* коллекторов *1* и *2* скользят по пассивным формообразующим поверхностям *3* и *4* канавок ползунов *n1* и *n2* соответственно, исключая возможность не осевых взаимных перемещений коллекторов.



*Рис. 5.8. Пресс-форма для формования изделия в виде сегмента кольца прямоугольного сечения вдоль криволинейной оси*



*Рис. 5.9. Пресс-форма для многоместного формования изделий в виде сегмента кольца прямоугольного сечения вдоль криволинейной оси*

В пресс-форме для производства изделий типа цилиндрической шестерни, фрезы или крыльчатки (рис. 5.12) размещаются десять чередующихся, встречно-движущихся ползунов, на которых расположены части пассивной формообразующей поверхности.

В пресс-форме, реализующей предлагаемый способ для прессования изделия конической формы типа шестерни конической зубчатой передачи, фрезы или крыльчатки турбины (рис. 5.13) количество ползунов  $n1$  и  $n2$  каждого коллектора соответствует количеству выступов на изделии  $u$ . Высота любого выступа может быть изменена в процессе прессования и зависит от взаимного положения формообразующих элементов  $1$  и  $2$  и их частей  $n1$  и  $n2$  по окончании процесса уплотнения.

По этой же схеме можно изготовить пресс-форму для прессования аналогичных изделий с косыми зубьями (лопастями).

Еще одной особенностью способа является возможность формирования изделий (с равномерной по высоте плотностью) в направлении их наибольшего размера с приложением давления к их наименьшему гидравлическому сечению. Эта схема позволяет за счет увеличения длины хода прессующих элементов уменьшить величину необходимого усилия пресса, увеличить давление прессования до значений, превышающих значение предельно-допустимого напряжения для материала пресс-формы (рис. 5.4, 5.6, 5.8, 5.12–5.14), а в случае реализации многоместного прессования экономить общую площадь и габаритные размеры пресс-инструмента (рис. 5.9, 5.14).

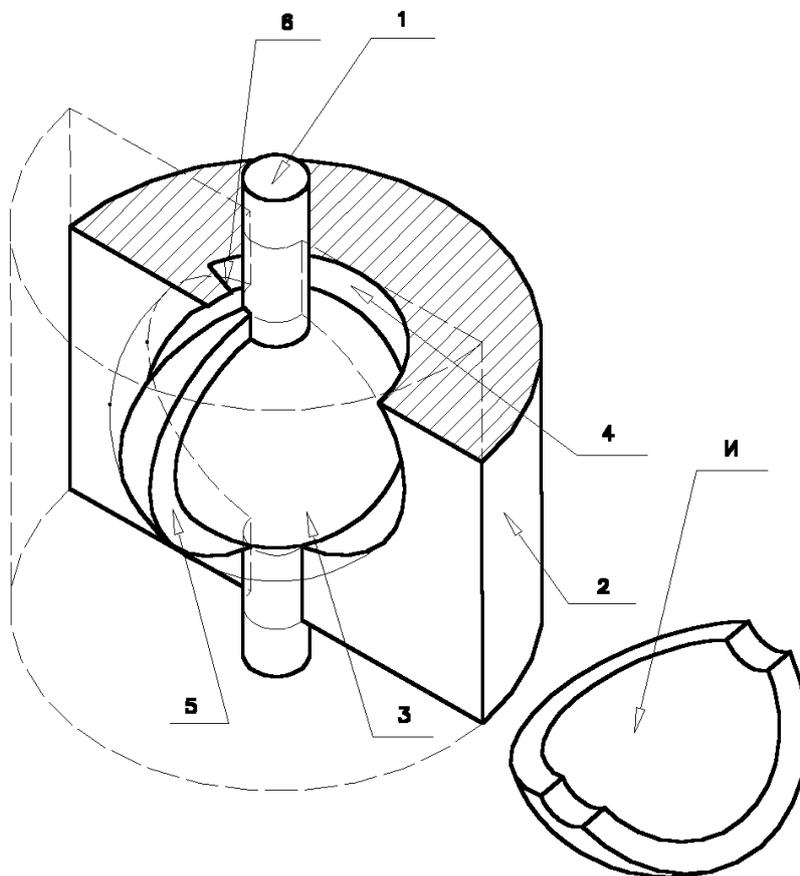


Рис. 5.10. Пресс-форма для прессования сегмента сферы

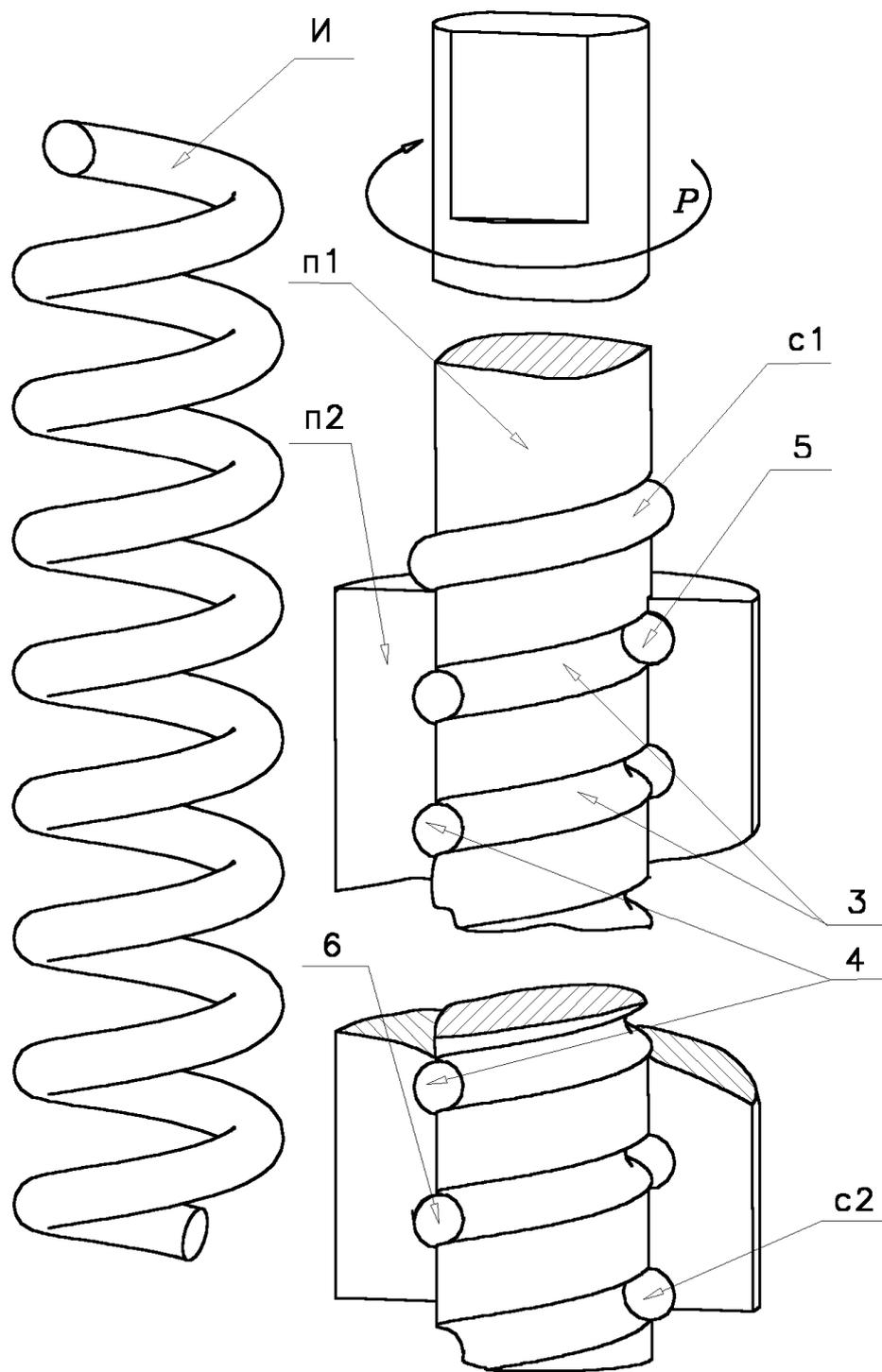
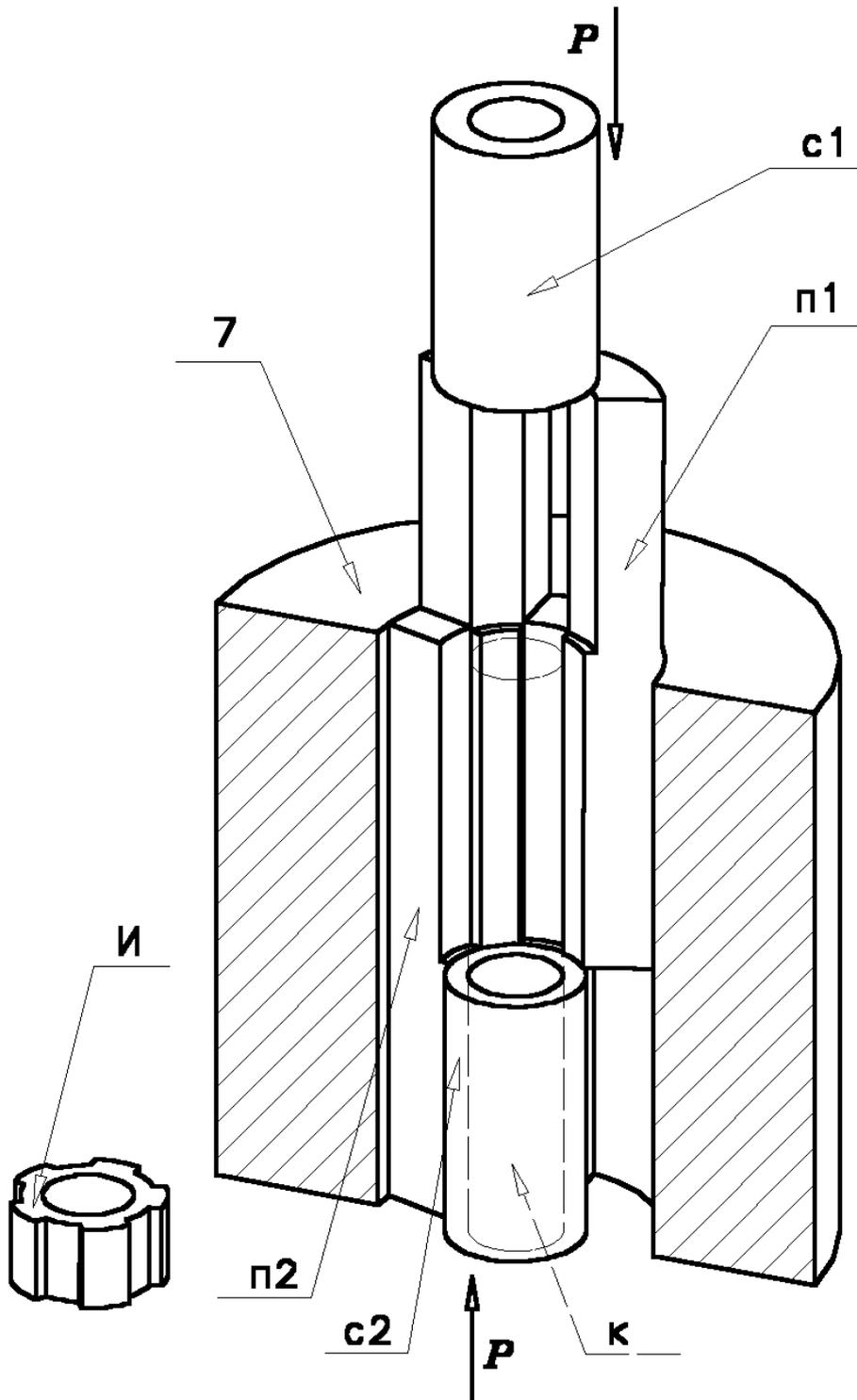
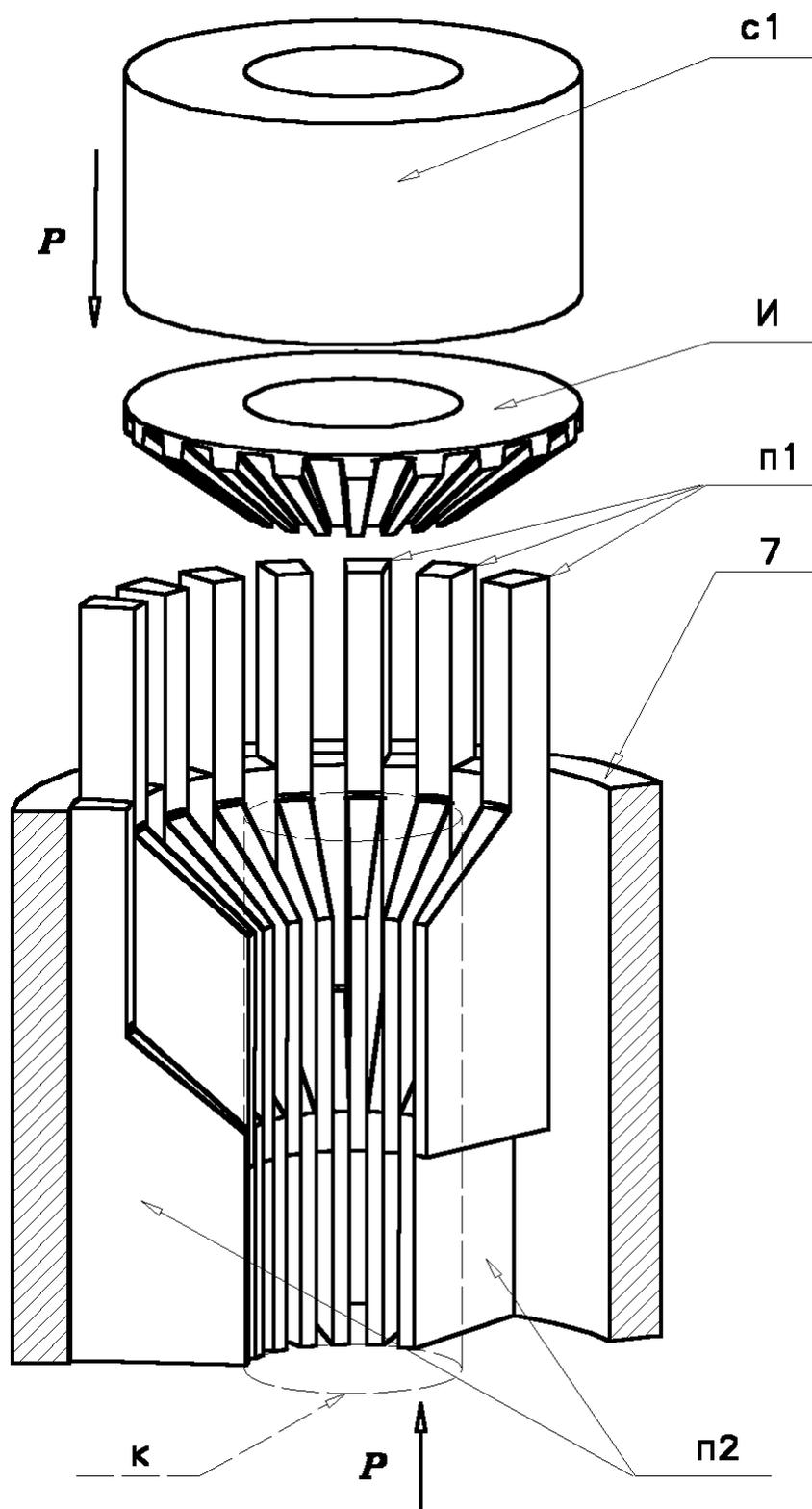


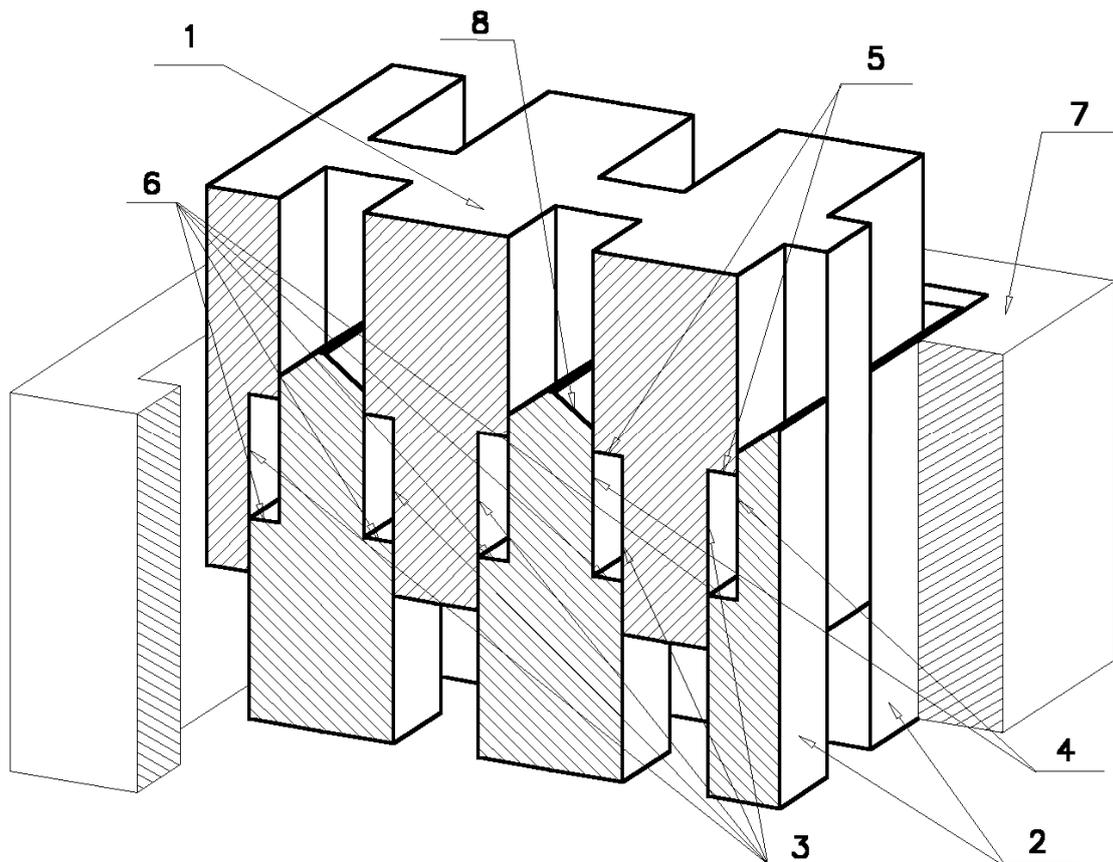
Рис. 5.11. Пресс-форма для прессования изделия в форме спирали



*Рис. 5.12. Пресс-форма для формования изделия в виде шестерни цилиндрической зубчатой передачи*



*Рис. 5.13. Пресс-форма для формирования изделия в виде шестерни конической зубчатой передачи*



*Рис. 5.14. Многоместная пресс-форма для серийного производства однотипных изделий из порошковых материалов в виде прямоугольных брусков*

#### **5.4. Практическое применение коллекторного способа прессования**

##### *Анализ кривых уплотнения порошков коллекторным способом*

Анализ кривых уплотнения (рис. 5.15–5.18), полученных для различных порошков ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  (Baikalox),  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  (Reynolds),  $\text{ZrO}_2$  (Tosoh),  $\text{BaTi}_4\text{O}_9\text{-BaWO}_4$  (BWTO)) двумя способами: коллекторным (на рисунках – КП) и обычным одноосным прессованием в коллекторной пресс-форме (на рисунках – ООП), показывает, что применение коллекторного способа сказывается на процессе компактирования различным образом для каждого материала.

У всех исследованных материалов применение коллекторного способа прессования повышает величину критического давления, что объясняется дополнительными потерями усилия прессования на преодоление сил трения в парах «ползуны – обойма прессформы». Влияние

способа прессования на величину интенсивности уплотнения неоднозначно и определяется упруго-пластическими свойствами порошкового материала.

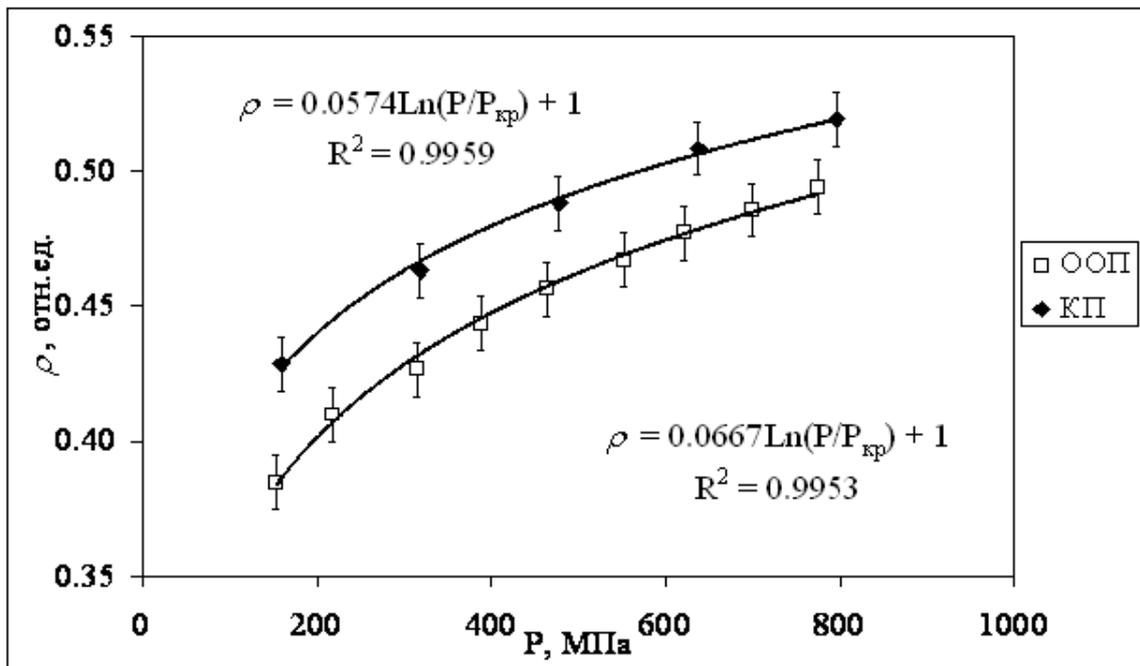


Рис. 5.15. Кривые уплотнения  $Al_2O_3$ -MgO (Baikalox):  
 ООП – одноосное одностороннее прессование; КП – коллекторное прессование

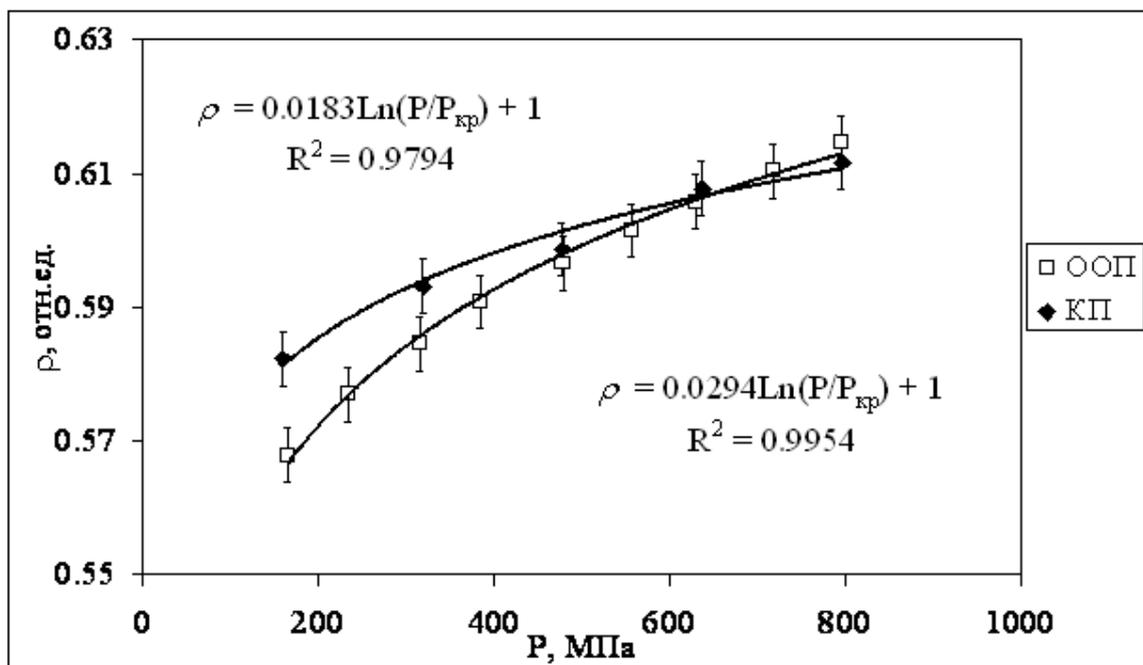


Рис. 5.16. Кривые уплотнения  $Al_2O_3$ -MgO (Reynolds):  
 ООП – одноосное одностороннее прессование; КП – коллекторное прессование

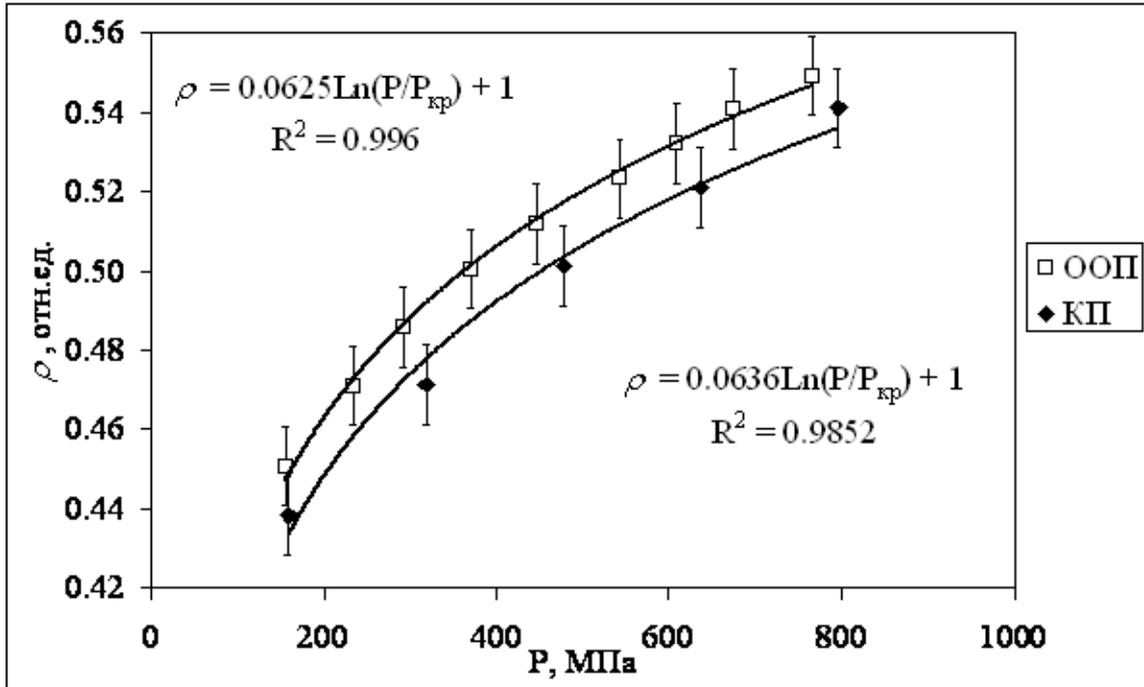


Рис. 5.17. Кривые уплотнения стабилизированного  $ZrO_2$  (Tosoh):  
 ООП – одноосное одностороннее прессование; КП – коллекторное прессование

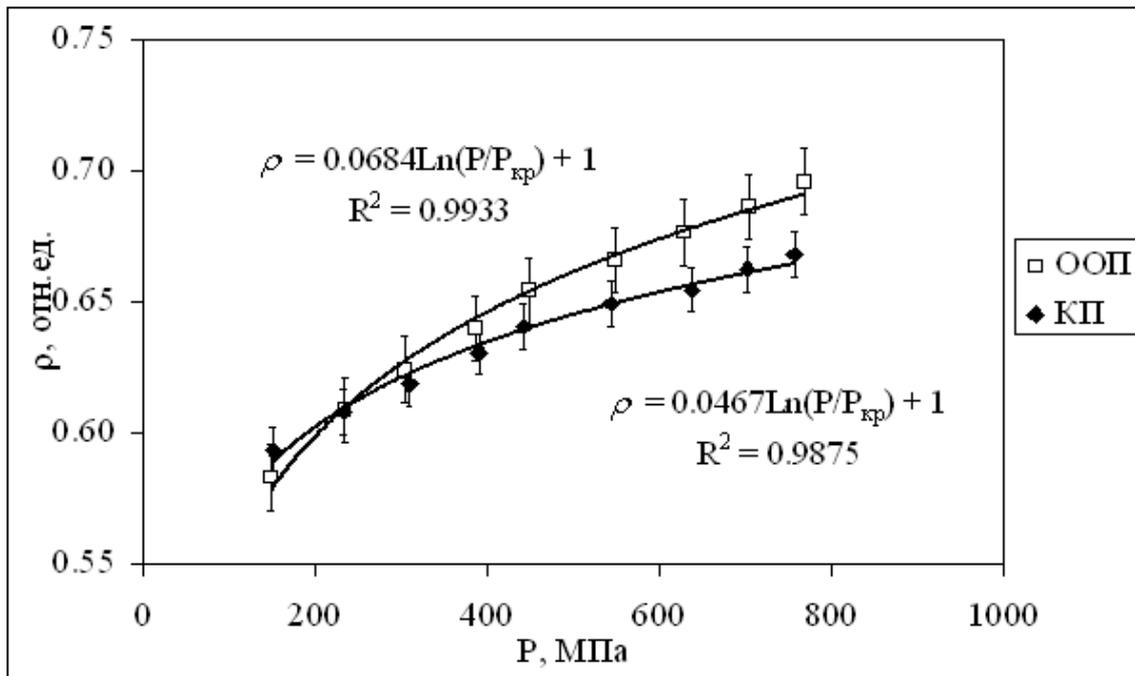


Рис. 5.18. Кривые уплотнения  $BaTi_4O_9$ - $BaWO_4$  (BWTO):  
 ООП – одноосное одностороннее прессование; КП – коллекторное прессование

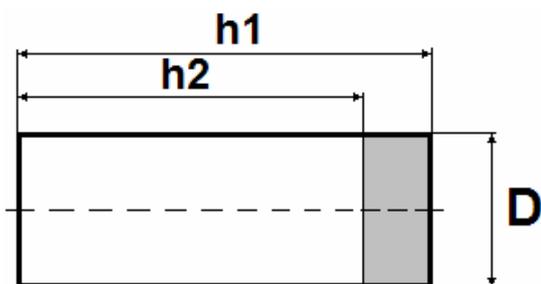
Таким образом, явного преимущества коллекторного способа над обычным одноосным прессованием в плане повышения плотности прессовок не выявлено. По-видимому, превосходство того или иного способа

прессования для каждого порошкового материала определяется его свойствами и для выбора оптимального способа компактирования в каждом отдельном случае необходимо проводить дополнительные исследования.

### *Распределение плотности по высоте прессовки*

Исследование распределения средней в поперечном сечении плотности по высоте было проведено для прессовки из НП ВВТО. Этот материал был выбран по совокупности его свойств: высокой насыпной плотности, хорошей сыпучести и формуемости, обеспечивших получение прочных прессовок.

Исследования распределения плотности по высоте прессовки проводились по следующей методике. Две прессовки одинаковой высоты, изготовленные обычным и коллекторным способами, последовательно истирались небольшими слоями. До и после очередного снятия слоя таблетка взвешивалась на электронных весах и измерялась ее высота  $h_1$  и  $h_2$  (рис. 5.19). Зная высоту и диаметр (остается постоянным), можно определить объем истертого слоя, а разница в массе позволяет определить его плотность. Таким образом, последовательно получается распределение средней в каждом сечении плотности по высоте прессовки.



*Рис. 5.19. Схема определения распределения плотности по высоте*

Прессовка, полученная обычным одноосным прессованием, получилась более плотной (меньшей высоты), чем полученная коллекторным способом. Это объясняется тем, что при коллекторном способе компактирования часть усилия прессования дополнительно тратится на преодоление силы трения ползунов о внутреннюю поверхность обоймы и между собой. Таким образом, давление, воспринимаемое порошковым телом, меньше, чем при использовании обычного способа, при одинаковом усилии прессования.

Из рис. 5.20 видно, что распределение средней в сечении плотности по высоте более равномерно в случае коллекторного способа прессования. В случае обычного одноосного прессования перепад плотности составляет порядка 30 %, тогда как для коллекторного способа перепад незначителен и не превышает погрешности измерений.

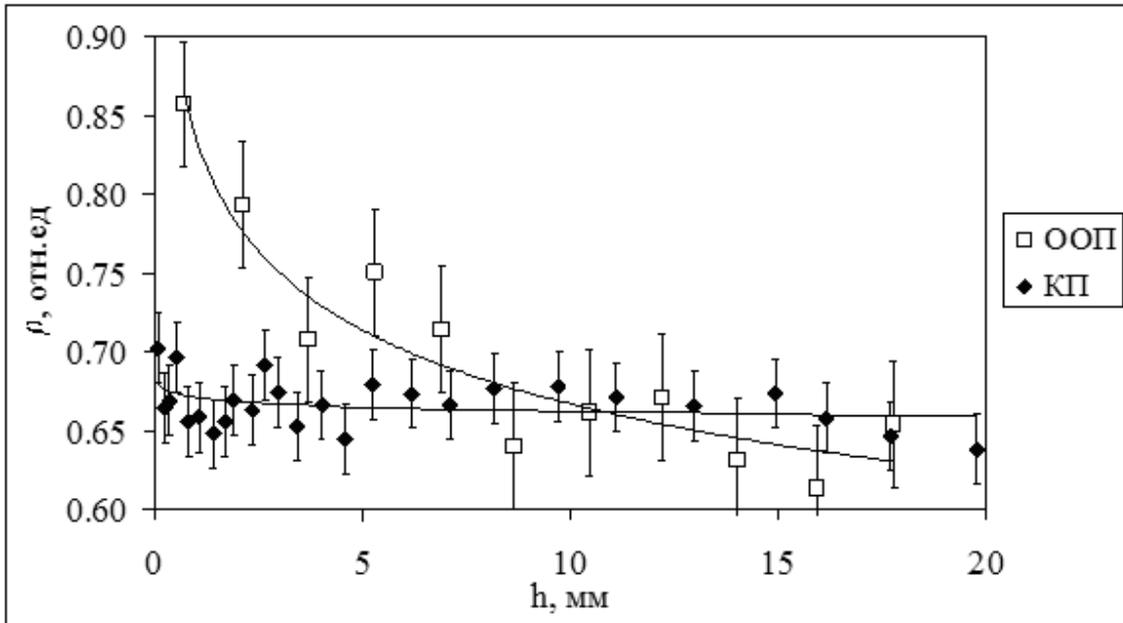


Рис. 5.20. Перепад плотности по высоте прессовки НП ВВТО: ООП – одноосное одностороннее прессование; КП – коллекторное прессование

Необходимо заметить, что в случае коллекторного прессования плотность возле прессующего плунжера несколько выше, чем далее вдоль оси прессования. Это может быть связано с тем, что, стремясь получить более длинную прессовку, в пресс-форму засыпали максимально возможное количество порошка и до начала прессования прессующий плунжер вручную доводили до рабочего положения. При этом реализовывался обычный способ одностороннего одноосного прессования, что могло внести изменение в распределение плотности.

### Распределение плотности по объему прессовки

Исследования распределения плотности по объему прессовки НП ВВТО проводились по методике матричного измерения деформации тонких слоев длинномерной прессовки, разработанной в НИЦ «Спектр» ТПУ: в полость пресс-формы засыпаются малые фиксированные по массе порции порошка, каждая из которых после выравнивания маркируется тонким слоем мелкодисперсного углерода. Последовательно наносились 11 слоев исследуемого материала, после чего производилось одностороннее одноосное прессование (ООП) и коллекторное прессование (КП) цилиндрического образца давлением 750 МПа. Общая высота полученных многослойных прессовок составляла около 18 мм при диаметре 14 мм.

Для определения распределения плотности по объему прессовки из УДП  $BaTi_4O_9 + BaWO_4$  (BWTO) были изготовлены две прессовки с маркированными слоями, как было описано выше. После продольного распиливания каждой из них было получено распределение слоев одинаковой плотности. Далее по указанной выше методике были получены распределения плотности по объему прессовок, результаты сравнения которых приведены в табл. 5.1.

Таблица 5.1

*Сравнительные результаты экспериментов по изучению распределения плотности в объеме длинномерных прессовок BWTO*

Характеристики уплотнения и равноплотности длинномерных прессовок BWTO	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Относительная плотность . . .0,6954</li> <li>• Критическое давление прессования, МПа . . . . .71048</li> <li>• Параметр интенсивности уплотнения . . . . .0,0683</li> <li>• Конечная интенсивность уплотнения, 1/МПа . . . . .<math>9,62 \times 10^{-07}</math></li> <li>• Дисперсия плотности в объеме прессовки . . . . .0,00225</li> <li>• Относительный перепад плотности по высоте . . . . .0,00163</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Относительная плотность . . .0,6679</li> <li>• Критическое давление прессования, МПа . . . . .1003891</li> <li>• Параметр интенсивности уплотнения . . . . .0,0467</li> <li>• Конечная интенсивность уплотнения, 1/МПа . . . . .<math>4,65 \times 10^{-08}</math></li> <li>• Дисперсия плотности в объеме прессовки . . . . .0,00022</li> <li>• Относительный перепад плотности по высоте . . . . .0,00067</li> </ul>
<p>Поле распределения участков одинаковой плотности ООП</p>	<p>Поле распределения участков одинаковой плотности КП</p>

Наглядное представление о характере распределения плотности по продольному сечению образцов дают рисунки поля участков, окрашенных в градациях серого и разделенных изолиниями. Степень потемнения участка соответствует его плотности, значение которой нанесено на каждой изолинии. По вертикальной оси поля нанесены значения расстояния от прессующего пуансона по высоте образца; по горизонтальной оси – расстояние от оси прессования по диаметру образца.

При обычном одноосном прессовании область максимальной плотности расположена в области гидравлического периметра прессующего пуансона и на некотором расстоянии от него в области оси прессования. По всему объему наблюдаются градиенты плотности различной величины и направления, а связанные с этим механические напряжения распределены неравномерно.

Коллекторный способ прессования позволяет создать изделие с практически равномерным распределением плотности и напряжений с незначительным увеличением плотности по периметру торцов прессовки. Дисперсность распределения плотности снизилась в 10 раз; относительный перепад плотности по высоте изделия снизился на 60 %.

Таким образом, можно заключить, что ожидаемые эффекты коллекторной схемы уплотнения порошковой среды, в частности эффект автовыравнивания плотности по объему изделия, себя оправдали.

## **5.5. Моделирование процессов деформации порошкового тела**

Существующие положения теории формования не позволяют оперативно определить наиболее оптимальные режимы прессования порошкового тела. Задачи выбора оптимальной схемы и способов деформации порошкового тела невозможно решить аналитически. Подобные задачи требуют численного решения системы множества дифференциальных уравнений, количество которых зависит от сложности формы прессовки и требуемой точности решения. Получивший широкое распространение с развитием вычислительной техники метод конечных элементов является наиболее эффективным способом решения подобных задач.

Для выбора оптимальной схемы прессования с использованием персонального компьютера в среде твердотельного моделирования и пакета анализа по методу конечных элементов был проведен численный эксперимент деформации порошкового тела цилиндрической формы в закрытой жесткой пресс-форме способом обычного одно-

осного одностороннего прессования, ультразвукового прессования, коллекторного прессования, а также коллекторного прессования при одновременном УЗ-воздействии.

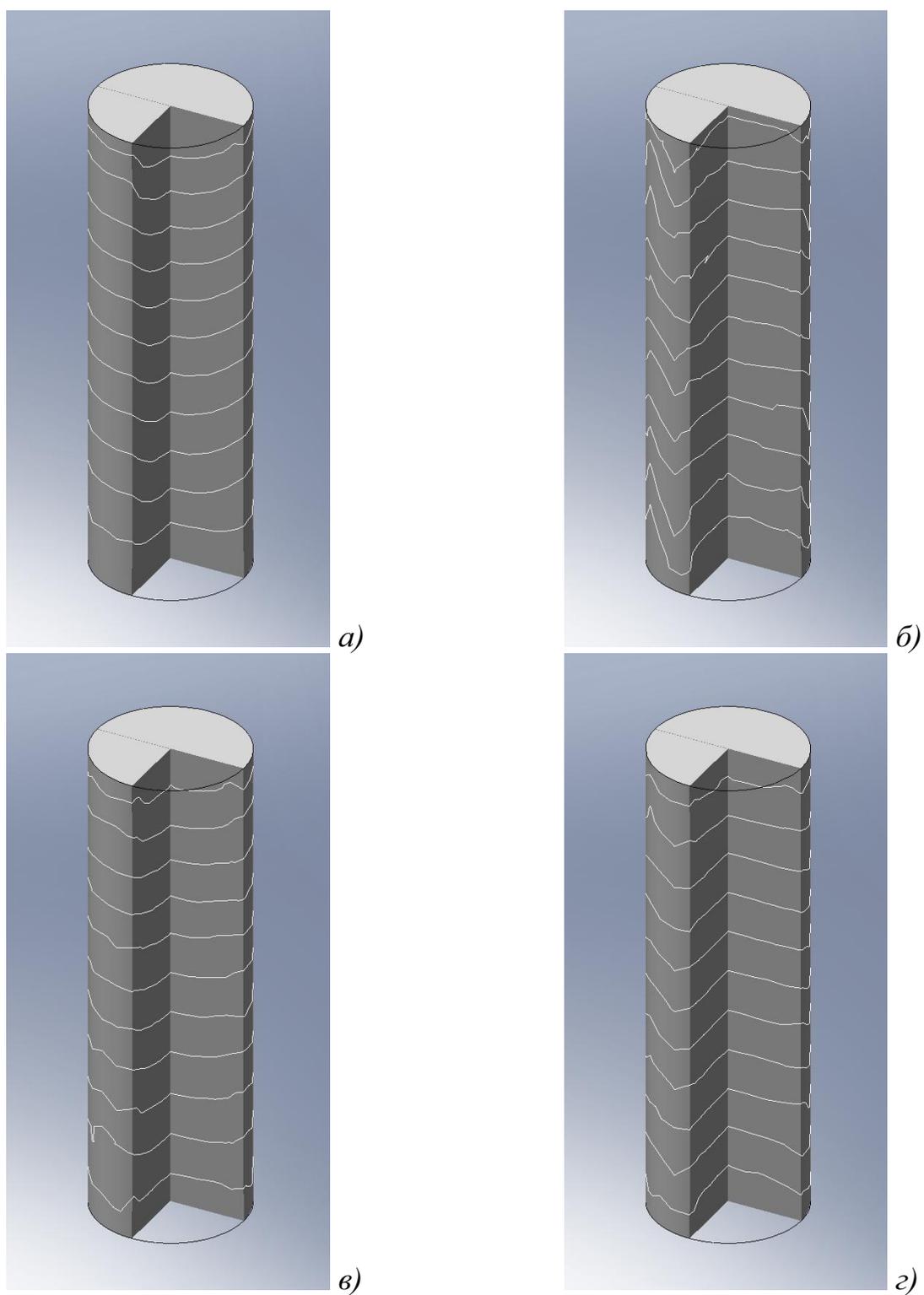
В качестве основного фактора влияния на равномерность распределения материала по формообразующему объему пресс-формы был выбран коэффициент пристенного трения (коэффициент трения порошка о стальные поверхности пресс-формы). Для обычного способа прессования ему было присвоено типичное для большинства керамических порошков значение 0,1. В качестве условия деформации под действием УЗ-колебаний формообразующих поверхностей пресс-формы было выбрано снижение коэффициента пристенного трения до значения 0,02 за счет периодического отрыва (исчезновения) контакта между этой поверхностью и порошковым телом. Модель деформации при коллекторном прессовании формировалась в условиях соответствующего этому способу прессования разнонаправленного перемещения восьми частей пассивных формообразующих поверхностей.

Для всех вариантов схем и способов прессования не учитывался параметр внутреннего (межчастичного) трения, который также влияет на процессы перераспределения порошкового материала в прессовке, однако влияние это выражено слабо и практически не зависит от способов внешнего воздействия и схем нагружения.

Результаты четырех возможных вариантов моделирования деформации слоев длинномерного цилиндрического порошкового тела представлены в графическом виде с вырезанным для наглядности от оси симметрии модели сегментом с углом  $90^\circ$  (рис. 5.21).

В модели деформации обычным одноосным односторонним способом прессования (рис. 5.21) наблюдается характерное искривление слоев прессовки в сторону неподвижного (нижнего) пуансона. Данный характер искривления обусловлен влиянием сил пристенного трения, когда усилие прессования не может без потерь передаваться удаленным слоям прессовки. Потери усилия прессования на преодоление пристенного трения приводят к слабой пропрессовке порошка в области неподвижного пуансона. Максимальная степень уплотнения достигается непосредственно под прессующим (верхним) пуансоном в области его сопряжения с пассивной боковой формообразующей поверхностью.

В случае снижения сил пристенного трения под действием УЗ-колебаний формообразующих поверхностей изгиб слоев выражен в меньшей степени, что позволяет получить прессовку с более равномерным распределением плотности по объему. Однако характер искривления слоев остается прежним.



*Рис. 5.21. Модель деформации слоев порошкового тела при обычном (а), коллекторном (б), ультразвуковом (в) способах прессования, а также при совместном применении ультразвукового и коллекторного способов (г)*

В модели деформации при коллекторном прессовании наблюдается зигзагообразное искривление периферийной зоны слоев порошкового тела, обусловленное встречным перемещением частей пассивной формообразующей поверхности. Однако уже на небольшом удалении от периферии искривление слоев отсутствует, а их толщина перестает зависеть от расстояния слоя до поверхности пуансона. Средняя в каждом сечении плотность слоя остается постоянной на любой высоте порошкового тела.

Такое распределение плотности наиболее приемлемо для получения качественного порошкового тела простой формы. Зигзагообразное искривление на периферии может быть минимизировано увеличением количества встречно движущихся частей пассивной формообразующей поверхности. Однако такое увеличение приводит к сложности изготовления и обслуживания прессовой оснастки. Кроме того, при изготовлении порошковых деталей сложной формы, имеющих конструктивные элементы (выступы, отверстия, канавки и пр.) с размерами, сопоставимыми с размерами встречно движущихся частей пассивной формообразующей поверхности, подобные поверхностные неоднородности могут привести к локальному разрушению или дефектам после спекания с неравномерной усадкой. Для исключения этого целесообразно совместное использование положительных эффектов УЗ-воздействия и коллекторной схемы деформации порошкового тела (рис. 5.21). В этом случае коллекторное прессование позволяет исключить влияние пристенного трения на равномерность распределения средней в каждом слое плотности по всей высоте пресс-формы, а УЗ-колебания формообразующих поверхностей минимизируют периферийное искривление каждого слоя прессовки, и позволяет избежать локальных поверхностных градиентов плотности.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Активное развитие технологий, применяющих нанокерамику, выдвигают все более жесткие требования к чистоте, размерам, фазовому составу и т. п. Для выполнения предъявляемых требований используются различные методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов. Каждый из методов имеет свои преимущества и недостатки. Ни один из методов не пригоден для производства всего спектра наноструктурных материалов. Поэтому важным моментом является развитие традиционных и применение новых методов компактирования и консолидации наноструктурных материалов.

Анизотропия свойств спрессованных изделий всегда приводит к формоизменению и появлению макродефектов (короблений, трещин и т. п.), происходящих на стадии спекания, когда менее плотные участки порошкового тела претерпевают большую по сравнению с более плотными участками усадку. Перепады различных свойств по объему пресуемого порошкового тела возникают вследствие действия силы пристенного трения, которая развивается в процессе компактирования вдоль поверхности трения «порошковое тело – стенка матрицы» в направлении, противоположном направлению движения прессующего пуансона. Это обстоятельство препятствует передаче усилия прессования удаленным от прессующей поверхности слоям прессовки.

Применение коллекторного способа прессования позволяет получать компакты с равномерным распределением плотности по объему порошкового тела за счет разнонаправленных сил пристенного трения, что обеспечивает равномерное объемное уплотнение прессовки при спекании. Качество изделия, спрессованного коллекторным способом, может быть также повышено за счет облегчения удаления жидкости или технологической связки и запрессованного воздуха из объема прессовок, расширения допустимого диапазона давлений прессования и исключения разрушающего влияния сил пристенного трения о поверхности замкнутой полости формообразующего элемента при извлечении изделия.

Эффективность способа коллекторного прессования доказывают экспериментальные результаты его практической реализации и сравнительный анализ результатов компьютерного моделирования различных схем деформации порошкового тела. Так, для НП ВВТО перепад плотности по высоте в случае коллекторного прессования на порядок меньше перепада плотности в аналогичном образце, изготовленным обычным одноосным прессованием. Компьютерное моделирование процесса деформации порошкового тела показало, что средняя в каждом сечении плотность слоя остается одинаковой на любой высоте порошкового тела на протяжении всего процесса компактирования.

Таким образом, сделанные выводы позволяют заключить, что коллекторный метод прессования, исключая большинство недостатков метода статического одноосного прессования, является эффективным для производства качественных порошковых изделий конструкционного назначения. Метод обеспечивает повышение качества порошковых изделий за счет увеличения равномерности распределения различных свойств по объему прессовок, стабилизации и равномерности формоизменений при их последующем спекании, что позволяет рассматривать коллекторный метод прессования в ряду наиболее перспективных способов производства наноструктурных порошковых изделий.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Новые материалы /под ред. Ю.С. Карабасова. – М: МИСИС. – 2002. – 736 с.
2. Шевченко В.Я., Бальмаков М.Д. Частицы-кентавры как объекты наномира // Физика и химия стекла. – 2002. – Т. 28. – № 6. – С. 631–636.
3. Нанотехнология в ближайшем десятилетии. Прогноз направления исследований / под ред. М.К. Роко, Р.С. Уильямса и П. Аливисатоса; пер. с англ. – М.: Мир, 2002. – 292 с.
4. Петров Ю.И. Физика малых частиц. – М.: Наука, 1982. – 359 с.
5. Суздалев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. – М.: КомКнига, 2006. – 592 с.
6. Андриевский Р.А., Рагуля А.В. Наноструктурные материалы. – М.: Академия, 2005. – 192 с.
7. Suryanarayanan Iyer R., Sastry S.M.L. Consolidation of Nanoparticles – Development of a Micromechanistic Model // Acta Materialia. – 1999. – V. 47. – No. 10. – P. 3079–3098.
8. Способ прессования изделий из порошковых материалов (варианты) и устройство для его осуществления. – Патент РФ № 2225280 от 10.03.2004 (Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Соколов В.М., Похолков Ю.П. Патентообладатель – Томский политехнический университет).
9. Способ прессования изделий из порошковых материалов и пресс-форма для его осуществления. – Патент Евразийской патентной организации № 005325 от 24.02.2005 (Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Соколов В.М., Похолков Ю.П. Патентообладатель – Томский политехнический университет).
10. Method for Compacting Powder Materials into Articles and a Mold for Implementing the Method. – Патент США № 6919041 от 19.07.2005 (Dvilis E., Khasanov O., Sokolov V., Pokholkov Yu. Tomsk Polytechnic University).
11. Способ прессования изделий из порошковых материалов и пресс-форма для его осуществления. – Патент Украины № 75885 от 15.06.2006 (Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Соколов В.М., Похолков Ю.П. Патентообладатель – Томский политехнический университет).

12. Андриевский Р. А. Порошковое материаловедение. – М.: Металлургия, 1991. – 205 с.
13. Лякишев Н.П., Калинин Б.А., Солонин М.И. Перспективные направления получения и обработки материалов // Бюллетень Международного общества материаловедов. – 2000. – № 1. – С. 22–47.
14. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения: справ. / сост. И.М. Федорченко, И.Н. Францевич, И.Д. Радомысльский и др. – Киев: Наук. думка, 1985. – 624 с.
15. Somiya Sh., Aldinger F., Claussen N. et al. Handbook of Advanced Ceramics. Volume I: Materials science. – Elsevier, 2003. – 790 p.
16. Химическая технология керамики: учеб. пособие для вузов / под ред. проф. И.Я. Гузмана. – М.: ООО РИФ «Стройматериалы», 2003. – 496 с.
17. Алферов Ж.И., Копьев П.С., Сурис Р.А. и др. Общие вопросы развития нанотехнологий и микросистемной техники в России, наноматериалы и нанотехнологии // Сборник статей: Нано- и микросистемная техника. От исследований к разработкам / под ред. П.П. Мальцева. – М.: «Техносфера», 2005. – С. 19–34.
18. Головин Ю.И. Введение в нанотехнику. – М.: Машиностроение, 2007. – 496 с.
19. Лукин Е.С. Современная высокоплотная оксидная керамика с регулируемой микроструктурой. Ч. 3. Микроструктура и процессы рекристаллизации в керамических оксидных материалах // Огнеупоры и техническая керамика. – 1996. – № 7. – С. 2–7.
20. Макаров П.В., Бекетов К.А., Атаманов О.А., Кульков С.П. Вязкая конструкционная керамика: моделирование эволюции структуры мезообъема под нагрузкой. // В кн.: Физическая мезомеханика и компьютерное конструирование материалов / под ред. В.Е. Панина, П.В. Макарова, С.Г. Псахье. – Новосибирск: Наука, 1995. – Т.2. – С. 153–171.
21. M.E.Fayed, L.Otten Handbook of powder science. Technology. CarmanHall. – New York, 1997. – 898 p.
22. Алымов М.И. Порошковая металлургия нанокристаллических материалов. – М.: Наука, 2007. – 169 с.
23. Gleiter H. Materials with ultrafine microstructure: retrospectives and perspectives // Nanostruct. Mater. – 1992. – V.1. – № 1. – P. 1–19.
24. Радомысльский И.Д., Сердюк Г.Г., Щербань Н.И. Конструкционные порошковые материалы. – Киев: Техника, 1985. – 152 с.
25. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия: учебник для техникумов. – М.: Металлургия, 1991. – 432 с.

26. Галахов В.А., Куцев С.В., Крючков В.А. и др. Влияние давления формования на спекаемость субмикронных порошков тетрагонального диоксида циркония // Огнеупоры. – 1993. – № 2. – С. 5–11.
27. Клячко Л.И., Уманский А.М., Бобров В.Н. Оборудование и оснастка для формования порошковых материалов. – М.: Metallurgia, 1986. – 336 с.
28. Шевченко А.В., Рубан Ф.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // Огнеупоры и техническая керамика. – 2000. – № 9. – С. 2–8.
29. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы / под ред. В. Шатта; пер. с нем. Издательство «Металлургия», 1983. – 520 с.
30. Окадзаки К. Технология керамических диэлектриков: пер. с японского. – М.: Энергия, 1976. – 336 с.
31. Лукин Е.С. О Влиянии метода синтеза и условий подготовки порошков оксидов в технологии высокоплотной и прозрачной керамики // Тр. ин-та МТИ им. Д.И. Менделеева. – 1982. – Вып. 123. – С. 5–6.
32. Дудник Е.В., Зайцева З.А., Шевченко А.В. и др. Методы формования дисперсных порошков на основе диоксида циркония (Обзор) // Порошковая металлургия. – 1993. – № 8. – С. 16–23.
33. Двилис Э.С. Развитие теоретических основ и разработка способов холодного одноосного прессования порошковых материалов с применением ультразвукового воздействия: дисс. канд. физ.-мат. наук. – Томск, 2002. – 240 с.
34. Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. Процессы порошковой металлургии. В 2 т. – Т. 2. Формование и спекание: учебник для вузов. М.: МИСИС, 2002. – 320 с.
35. Omori M. Basic Research and Industrial Production Using the Spark Plasma System (SPS) // Mater. Sci. Eng. – 2000. – A287(2). – P. 183–188.
36. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
37. Humphreys F.J., Prangnell P.B., Bowen J.R. et. al. // Phil. Trans. R. Soc. Lond. – 1999. – V. 375A. – P. 1663.
38. Гусев А.И. Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства. – Екатеринбург: УрО РАН, 1998. – 199 с.
39. Александров И.В. Исследование дефектной структуры нанокристаллических материалов // Вестник УГАТУ. – 2001. – № 1 (3). – С. 203–206.
40. Кайбышев Р.О., Мазурина И.А., Громов Д.А. Механизмы измельчения зерен в алюминиевых сплавах в процессе интенсивной пластиче-

- ской деформации // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2006. – № 2. – С. 14–19.
41. Красильников Н.А. Формирование ультрамелкозернистой структуры в материалах после интенсивной пластической деформации // *Вестник УГАТУ.* – 2002. – С. 207–211.
  42. *Ультразвук: Маленькая энциклопедия* / под ред. И.П. Голямина. – М.: Советская энциклопедия, 1979. – 400 с.
  43. Particularities of Powerful Ultrasound Action on Nanostructured Powders / O.L. Khasanov, Yu.P. Pokholkov, V.M. Sokolov, et al. // In: *Nanostructured Powders and Their Industrial Applications.* – MRS Symposium Proceedings. Warrendale, USA. – 1998. – V. 520. – P. 77–82.
  44. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Похолков Ю.П., Соколов В.М. Механизмы ультразвукового прессования керамических нанопорошков // *Перспективные материалы.* – 1999. – № 3. – С. 88–94.
  45. Хасанов О.Л., Иванов Ю.Ф., Попова Н.А. и др. Структура и фазовый состав циркониевой нанокерамики, изготовленной с применением ультразвукового прессования // *Перспективные материалы.* – 1999. – № 5. – С. 52–60.
  46. Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М. и др. Ультразвуковая обработка наноструктурных порошков для изготовления циркониевой технической керамики // *Перспективные материалы.* – 2000. – № 1. – С. 50–55.
  47. Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Похолков Ю.П. Ультразвуковая технология изготовления конструкционной и функциональной нанокерамики // *Перспективные материалы.* – 2002. – № 1. – С. 76–83.
  48. Виноградов Г.А., Радомысльский И.Д. Прессование и прокатка металлокерамических материалов. – М.-Киев: Машгиз, 1963. – 200 с.
  49. Анциферов В.Н., Перельман В.Е. Механика процессов прессования порошковых и композиционных материалов. – М.: 2001. – 628 с.
  50. Степанчук А.М. Закономерности прессования порошковых материалов. – Киев: НМК ВО, 1992. – 176 с.
  51. Попильский Р.Я., Пивинский Ю.Е. Прессование порошковых керамических масс. – М.: Металлургия, 1983. – 176 с.
  52. Бальшин М.Ю. Порошковая металлургия. – М.: Машгиз, 1948. – 286 с.
  53. Иванова Л.И., Ромашин А.Г., Буравова Н.Д. и др. Получение и свойства циркониевой керамики // *Огнеупоры.* – 1991. – № 2. – С. 6–9.
  54. Штерн М.Б., Сердюк Г.Г., Максименко Л.А., Трухан Ю.В., Шуляков Ю.М. Феноменологические теории прессования порошков. – Киев: Наукова думка, 1982. – 140 с.

55. Покровский Г.И. Исследования по физике грунтов. / Изд. Института ВОДГЕО, Гл. ред. строительной литературы. – М.-Л., 1937. – С. 136.
56. Баландин П.П. К вопросу о расчете процесса прессования // Огнеупоры. – 1938. – № 3. – С. 1081–1084.
57. Бережной А.С. О зависимости между давлением прессования и пористостью необожженных огнеупорных изделий // Огнеупоры. – 1947. – № 3. – С. 124–130.
58. Бережной А.С. Влияние давления прессования на свойства магнетитовых огнеупоров // Огнеупоры. – 1954. – № 4. – С. 213–222.
59. Казакевич С.С. О зависимости уплотнения шамотных масс от давления при полусухом прессовании // Огнеупоры. – 1957. – № 7. – С. 120–123.
60. Кондрашев Ф.В. / В сб. трудов НИИСтройкерамики. – Вып. 17. – Госстройиздат, 1961. – С. 60–71.
61. Ефашкин Г.В., Черных В.А. О гиперболической зависимости прочности прессованных изделий от давления прессования // Конструкционные углеграфитовые материалы. – 1964. – Ч. I. – С. 256–261.
62. Сапожников М.Я., Булавин И.А. Машины и аппараты силикатной промышленности. – М.: Промстройиздат, 1950. – Ч. I.
63. Кайнарский И.С. // В сб. трудов ВИО. – Харьков, 1956. – Вып. 1. – С. 229–275.
64. Cooper A.R., Eaton L.E. Compaction Behavior of Several Ceramic Powders // J. Amer. Ceram. Soc. – 1962. – V. 45. – № 3. – P. 97–101.
65. Андриевский Р. А. Получение и свойства нанокристаллических тугоплавких соединений // Успехи химии. – 1994. – № 63(5). – С. 431–448.
66. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. – М.: Металлургия, 1972. – 528 с.
67. Константинова Т. Е., Деканенко В.М., Волкова Г.А. и др. Мартенситное превращение в  $ZrO_2-Y_2O_3$ , индуцированное высоким гидростатическим давлением // Материаловедение. – 2000. – № 1. – С. 36–38.
68. Терцаги К. Строительная механика грунтов на основе их физических свойств. – М.: Госстройиздат, 1933.
69. Glass S. Jill, and Ewsuk G. Kevin. Ceramic powder compaction // MRS Bulletin, 1997. – V. 22. – No 12. – P. 24–28.
70. Aydin I., Briscoe B.J., and Ozkan N. Modelling of compaction: A review // MRS Bulletin. – 1997. – V. 22. – No 12. – P. 45–51.
71. Wu J. – M., Wu. C. – H. Sintering Behaviour of Highly Agglomerated Ultrafine Zirconia powders // J. Mater. Sci. – 1988. – V. 23. – No 9. – P. 3290–3299.

Учебное издание

ХАСАНОВ Олег Леонидович  
ДВИЛИС Эдгар Сергеевич  
КАЧАЕВ Артём Алексеевич

## МЕТОД КОЛЛЕКТОРНОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ НАНО- И ПОЛИДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ

Учебное пособие

Редактор	<i>И.А. Свиридова</i>
Компьютерная верстка	<i>О.Ю. Аршинова</i>
Дизайн обложки	<i>О.Ю. Аршинова</i>
	<i>О.А. Дмитриев</i>

Подписано к печати 17.02.2009. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».

Печать XEROX. Усл. печ. л. 5,82. Уч.-изд. л. 5,26.

Заказ 1728-09. Тираж 200 экз.



Томский политехнический университет

Система менеджмента качества

Томского политехнического университета сертифицирована  
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту ISO 9001:2008

